



中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.2—2017
代替 GBZ/T 160.1—2004

工作场所空气有毒物质测定 第2部分：锑及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 2: Antimony and its compounds

2017-11-09 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.1—2004《工作场所空气有毒物质测定 铊及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.1—2004相比，主要修改如下：

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——铊及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法。

主要起草单位：四川省疾病预防控制中心。

主要起草人：武皋绪、赵承礼。

——铊及其化合物的酸消解-石墨炉原子吸收光谱法

主要起草单位：广东省深圳市疾病预防控制中心。

主要起草人：陈湘莹、丘红梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 8773—88 附录A；

——GB/T 17063—1997；

——GBZ/T 160.1—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第2部分：锑及其化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中锑及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法和酸消解-石墨炉原子吸收光谱法。

本部分适用于工作场所空气中气溶胶态锑及其化合物浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

3 锑及其化合物的基本信息

锑及其化合物的基本信息见表1。

表1 锑及其化合物的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	元素 符号	相对原子质量
锑 (Antimony)	7440-36-0	Sb	121.75

4 锑及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法

4.1 原理

空气中气溶胶态锑及其化合物用微孔滤膜采集，酸消解后，用火焰原子吸收分光光度计，在217.6 nm波长下测定吸光度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 微孔滤膜，孔径 0.8 μm。

4.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm。

4.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm。

4.2.4 空气采样器，流量范围为 0 L/min~2 L/min 和 0 L/min~10 L/min。

4.2.5 烧杯，50 mL。

- 4.2.6 控温电热器。
 4.2.7 具塞刻度试管，10 mL。
 4.2.8 原子吸收分光光度计，具乙炔—空气火焰燃烧器和铈空心阴极灯。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水，用酸为优级纯或高纯，试剂为分析纯。
 4.3.2 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$ 。
 4.3.3 盐酸溶液 A，50%(体积分数)。
 4.3.4 盐酸溶液 B，1%(体积分数)。
 4.3.5 酒石酸溶液，100 g/L。
 4.3.6 标准溶液：用盐酸溶液 B 稀释国家认可的铈标准溶液成 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 铈标准应用液。

4.4 样品的采集、运输和保存

- 4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
 4.4.2 短时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
 4.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
 4.4.4 采样后，打开采样夹，取出微孔滤膜，接尘面朝里对折两次，放入清洁的塑料袋或纸袋中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可长期保存。
 4.4.5 样品空白：在采样点，打开装好微孔滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋中，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理：将采过样的微孔滤膜放入烧杯中，加入 2 mL 硝酸，盖上表面皿，在控温电热器上 140℃~160℃消解，待微孔滤膜分解、酸大部分挥发掉时，再加 2 mL 硝酸，重复消解 1 次。酸余下约 0.5 mL 时，加入 2 mL 盐酸溶液 A，继续加热至约 0.5 mL；再加 2 mL 盐酸溶液 A，加热至约 0.5 mL。取下放至室温后，加入 1 mL 酒石酸溶液，用水定量转移入具塞刻度试管中，并稀释至 10.0 mL，样品溶液供测定。
 4.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支容量瓶，依次加入 0.0 mL~4.0 mL 铈标准应用液，再加入 1.0 mL 酒石酸溶液，各加盐酸溶液 B 至 10.0 mL，配成 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~40.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的铈标准系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态，在 217.6 nm 波长下，用乙炔—空气贫燃气火焰分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的铈浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。
 4.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中铈的浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。若样品溶液中铈浓度超过测定范围，用盐酸溶液 B 稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

- 4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。
 4.6.2 按式 (1) 计算空气中铈的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C ——空气中铈的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

10 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

C_0 ——测得的样品溶液中铈的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V_0 ——标准采样体积，单位为升 (L)。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本方法是按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制的。本法的检出限为 $0.6 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $2 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $2 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 40 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低检出浓度为 $0.08 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $0.3 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为 $1.0\% \sim 2.9\%$ ，采样效率为 $99.9\% \sim 100\%$ 。

4.7.2 样品溶液中含有 $1000 \mu\text{g}/\text{mL}$ Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} ， $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ Al^{3+} 、 Zn^{2+} 、 As^{3+} 、 Cr^{6+} 、 Cu^{2+} ， $50 \mu\text{g}/\text{mL}$ Cd^{2+} 、 Ni^{2+} 对 $20 \mu\text{g}/\text{mL}$ 铈不产生干扰。

5 铈及其化合物的酸消解-石墨炉原子吸收光谱法

5.1 原理

空气中气溶胶态铈及其化合物用微孔滤膜采集，酸消解，在基体改进剂存在下，用石墨炉原子吸收分光光度计，在 217.6 nm 波长下测量吸光度，进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜，孔径 $0.8 \mu\text{m}$ 。

5.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm 。

5.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm 。

5.2.4 空气采样器，流量范围为 $0 \text{ L}/\text{min} \sim 2 \text{ L}/\text{min}$ 和 $0 \text{ L}/\text{min} \sim 10 \text{ L}/\text{min}$ 。

5.2.5 烧杯， 50 mL 。

5.2.6 控温电热器。

5.2.7 具塞刻度试管， 50 mL 。

5.2.8 原子吸收分光光度计，具石墨炉原子化器和铈空心阴极灯。仪器操作参考条件：

a) 干燥： 100°C ， 30 s ；

b) 灰化： 1400°C ， 20 s ；

c) 原子化： 2400°C ， 3 s ；

d) 净化： 2500°C ， 3 s 。

5.3 试剂

5.3.1 实验用水为去离子水，试剂和酸为优级纯。

5.3.2 硝酸， $\rho_{20} = 1.42 \text{ g}/\text{mL}$ 。

5.3.3 盐酸， $\rho_{20} = 1.18 \text{ g}/\text{mL}$ 。

5.3.4 王水：临用前，1 体积硝酸与 3 体积盐酸混合。

5.3.5 硝酸溶液， 5% (体积分数)。

5.3.6 消解液：1 体积高氯酸 ($\rho_{20} = 1.67 \text{ g}/\text{mL}$) 与 9 体积硝酸混合。

5.3.7 盐酸溶液， 1% (体积分数)。

5.3.8 酒石酸溶液， $50 \text{ g}/\text{L}$ 。

- 5.3.9 氯化钡溶液, 10 g/L: 1 g 氯化钡溶于 5 mL 王水中, 用硝酸溶液稀释至 100 mL。
- 5.3.10 硝酸镁溶液, 4 g/L。
- 5.3.11 基体改进剂: 等体积混合氯化钡溶液和硝酸镁溶液。
- 5.3.12 标准溶液: 用盐酸溶液稀释国家认可的铈标准溶液成 100.0 μg/mL 铈标准应用液。

5.4 样品的采集、运输和保存

- 5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 5.4.2 短时间采样: 在采样点, 用装好微孔滤膜的大采样夹, 以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 5.4.3 长时间采样: 在采样点, 用装好微孔滤膜的小采样夹, 以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 5.4.4 采样后, 打开采样夹, 取出微孔滤膜, 接尘面朝里对折两次, 放入清洁的塑料袋或纸袋中, 置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可长期保存。
- 5.4.5 样品空白: 在采样点, 打开装好微孔滤膜的采样夹, 立即取出滤膜, 放入清洁的塑料袋或纸袋中, 然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 样品处理: 将采过样的微孔滤膜放入烧杯中, 加入 2 mL 消解液, 盖上表面皿。在控温电热器上 140°C~160°C 加热消解, 消解至透明近干时, **不能烧干!** 取下冷却; 加入 1 mL 酒石酸溶液和 1 mL 基体改进剂, 用盐酸溶液定量转移入具塞刻度试管中, 并稀释至 50.0 mL, 摇匀。样品溶液供测定。
- 5.5.2 工作曲线的制备: 取 5 支~8 支烧杯, 各放入 1 张微孔滤膜, 分别加入 0.0 mL~0.50 mL 铈标准应用液, 同样品处理操作, 制成 50.0 mL 溶液, 为 0.0 μg/mL~1.0 μg/mL 浓度范围的铈标准系列。参照仪器操作条件, 将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态, 进样 20.0 μL, 在 217.6 nm 波长下分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的铈浓度 (μg/mL) 绘制工作曲线或计算回归方程, 其相关系数应 ≥0.99。
- 5.5.3 样品测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液, 测得的吸光度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中铈的浓度 (μg/mL)。若样品溶液中铈浓度超过测定范围, 用盐酸溶液稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

- 5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。
- 5.6.2 按式 (2) 计算工作场所空气中铈的浓度:

$$C = \frac{50C_0}{V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- C ——空气中铈的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);
- 50 ——样品溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- C_0 ——测得的样品溶液中铈的浓度 (减去样品空白), 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_0 ——标准采样体积, 单位为升 (L)。

- 5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 $0.002 \mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $0.007 \mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $0.007 \mu\text{g/mL} \sim 10 \mu\text{g/mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低检出浓度为 0.0013 mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.004 mg/m^3 ；相对标准偏差为 4.4% ，采样效率为 $99.9\% \sim 100\%$ 。

5.7.2 本法主要用于空气中铈浓度低于 PC-TWA 时的检测。

5.7.3 样品溶液中含有 $2000 \mu\text{g/mL K}^+$ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} ， $20 \mu\text{g/mL Pb}^{2+}$ 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Ni^{2+} 对铈不产生干扰， $100 \mu\text{g/mL Pb}^{2+}$ 可产生干扰。
