

C 52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.23—2004

工作场所空气有毒物质测定 钨及其化合物

Methods for determination of tungsten and its compounds
in the air of workplace

2004年5月21日发布

2004年12月1日实施

中华人民共和国卫生部 发布

GBZ/T 160.23—2004

前 言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》(GBZ 1)和《工作场所有害因素职业接触限值》(GBZ 2),特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法,用于监测工作场所空气中钨及其化合物 [包括金属钨 (Tungsten) 和碳化钨 (Tungsten carbide) 等] 的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时代替GB/T 16103—1995。

本标准首次发布于1995年,本次是第一次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:江西省劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人:杨双才和黎小萍。

工作场所空气有毒物质测定

钨及其化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中钨及其化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中钨及其化合物浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款，通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

硫氰酸钾分光光度法

3 原理

空气中钨及其化合物用微孔滤膜采集，消解后，在还原剂作用下，钨离子与硫氰酸钾反应生成黄色络合物；在400nm 波长下测量吸光度，进行定量。

4 仪器

- 4.1 微孔滤膜，孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。
- 4.2 采样夹，滤料直径为40mm。
- 4.3 小型塑料采样夹，滤料直径为25mm。
- 4.4 空气采样器，流量 $0\sim 3\text{L}/\text{min}$ 和 $0\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。
- 4.5 烧杯，50ml。
- 4.6 电热板或电砂浴。
- 4.7 容量瓶，100ml。
- 4.8 具塞比色管，25ml。
- 4.9 分光光度计。

5 试剂

实验用水为去离子水，用酸为优级纯。

- 5.1 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.2 盐酸， $\rho_{20}=1.18\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.3 高氯酸， $\rho_{20}=1.67\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.4 硫酸， $\rho_{20}=1.84\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.5 磷酸， $\rho_{25}=1.68\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.6 消化液：取100ml 高氯酸，加入到900ml 硝酸中。
- 5.7 混合酸：将100ml 硫酸缓缓加入500ml 水中，冷却后，加300ml 磷酸，用水稀释至1000ml。
- 5.8 氯化亚锡溶液，5g/L：称取0.5g 氯化亚锡，溶于100ml 6mol/L盐酸溶液中。
- 5.9 硫氰酸钾溶液，250g/L。
- 5.10 三氯化钛溶液，15g/L：用3mol/L盐酸溶液将三氯化钛稀释10倍。临用前配制。
- 5.11 标准溶液：称取0.1736g 钨酸钠 ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)，溶于水中，并定量转移入100ml 容量瓶中，稀释至刻度。此溶液为1.0mg/ml 钨标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

6 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

- 6.1 短时间采样：在采样点，将装好微孔滤膜的采样夹，以 $5\text{L}/\text{min}$ 流量采集15min 空气样品。

6.2 长时间采样：在采样点，将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹，以1L/min 流量采集2~8h 空气样品。

6.3 个体采样：将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在采样对象的前胸上部，进气口尽量接近呼吸带，以1L/min 流量采集2~8h 空气样品。

采样后，将滤膜的接尘面朝里对折2 次，放入清洁塑料袋或纸袋内，置于清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可长期保存。

7 分析步骤

7.1 对照试验：将装好微孔滤膜的采样夹带至采样点，除不连接空气采样器采集空气样品外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

7.2 样品处理：将采过样的微孔滤膜放入烧杯中，加 2ml 消化液，在电热板上消化至溶液呈淡棕色。取下稍冷，加入 20ml 混合酸；继续加热至冒白烟，溶液无色透明为止。取下放冷。用水定量转移入 100ml 容量瓶中，并稀释至刻度。摇匀，取 10.0ml 样品溶液于具塞比色管中，供测定。若样品液中钨浓度超过测定范围，可用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

7.3 工作曲线的绘制：在6 只烧杯中，分别加入0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00ml 钨标准溶液，各加水至1.0ml，配成 0.0、200.0、400.0、600.0、800.0、1000.0 μg 钨标准系列。然后，各加入1 张微孔滤膜，按样品处理后，取10.0ml 样品溶液于具塞比色管中；向各标准管加5ml 氯化亚锡溶液，2ml 硫氰酸钾溶液，再加0.5ml 三氯化钛溶液，摇匀。于400nm 波长下测量吸光度。每个浓度重复测定3 次，以吸光度均值对钨含量（ μg ）绘制标准曲线。

7.4 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品和空白对照溶液。测得的样品吸光度值减去空白对照吸光度值后，由标准曲线得钨的含量(μg)。

8 计算

8.1 按式（1）将采样体积换算成标准采样体积：

$$V_0 = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots (1)$$

式中： V_0 — 标准采样体积，L；

V — 采样体积，L；

t — 采样点的温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

P — 采样点的大气压，kPa。

8.2 按式（2）计算空气中钨的浓度：

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

式中： C — 空气中钨的浓度， mg/m^3 ；

m — 测得样品溶液中钨的含量， μg ；

V_0 — 标准采样体积，L。

9 说明

9.1 本法的检出限为 $0.3\mu\text{g}/\text{ml}$ ；最低检出浓度为 $0.4\text{mg}/\text{m}^3$ （以采集75L空气样品计）。测定范围为 $0.3\sim 10\mu\text{g}/\text{ml}$ ；相对标准偏差为 $1.3\%\sim 3.4\%$ 。

9.2 本法的采样效率为 $92\%\sim 100\%$ 。在样品处理时，消化完全程度以白烟与溶液面脱离为佳。样品溶液中若有白色沉淀，可取上清液测定。

9.3 $200\mu\text{g}$ 钼和铁， $100\mu\text{g}$ 钴、镉、铜、镍， $50\mu\text{g}$ 锰、锌，对 $20\mu\text{g}$ 钨的测定不干扰。

9.4 若三氯化钛被氧化，应加入锌粒进行处理。