

C 52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.26—2004

工作场所空气有毒物质测定 锆及其化合物

Methods for determination of zirconium 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 160.26—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锆及其化合物 [包括金属锆 (Zirconium) 和氧化锆 (Zirconium oxide) 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 16108-1995。

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:山东省劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人:樊华民和仇保荣。

工作场所空气有毒物质测定

锆及其化合物

1 范围

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

二甲酚橙分光光度法

3 原理

空气中气溶胶态锆及其化合物用微孔滤膜采集，消解后，在还原剂作用下，锆离子与二甲酚橙反应生成红色络合物；在540nm 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 电炉。
- 4.7 具塞比色管，25ml。
- 4.8 瓷坩埚。
- 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 盐酸， $\rho_{20}=1.18\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.2 硫酸， $\rho_{20}=1.84\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.3 盐酸溶液A，2mol/L：10ml 盐酸加入水并稀释至60ml。
- 5.4 盐酸溶液B，0.5mol/L：2.5ml 盐酸加入水并稀释至60ml。
- 5.5 硫酸铵的硫酸溶液，0.18g/ml：将10g 硫酸铵溶于30ml 硫酸中。
- 5.6 二甲酚橙溶液，0.4g/L。在冰箱中保存可用4个月。
- 5.7 标准溶液：称取0.3533g 氧氯化锆（ $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ），溶于盐酸溶液A中，并定量转移入100ml 容量瓶中，稀释至刻度。此溶液为1.0mg/ml 贮备溶液。临用前，取1.0ml 此溶液于100ml 容量瓶中，加入30ml 水，用盐酸溶液B稀释至刻度，为 $10.0\mu\text{g}/\text{ml}$ 锆标准溶液。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 $1\text{L}/\text{min}$ 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，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

7.2.1 水溶性铅化合物样品：将采过样的微孔滤膜放入烧杯中，加10ml 盐酸溶液B，在电炉上加热近沸，取下冷却，用盐酸溶液B定量转移入具塞比色管中，稀释至25ml，摇匀。取10.0ml 于另一具塞比色管中，供测定。

样品若为偏铅酸钠，则用10ml 盐酸溶液A洗脱，加热煮沸至样品溶液余约2ml，（注意不能煮干！）其余操作同上。

7.2.2 水不溶性铅化合物（如二氧化铅等）样品：将采过样的微孔滤膜放入瓷坩埚中，在电炉中重叠放两块空心耐火砖，将坩埚置于其中，盖上坩埚盖，加热灰化成白色残渣；冷却后，加入1ml 硫酸铵溶液；再加热溶解，并继续加热除去硫酸，至刚挥发干为止。取下，用盐酸溶液B定量转移入具塞比色管中，并稀释至25ml，摇匀，取10.0ml 样品溶液于另一具塞比色管中，供测定。

若样品液中铅浓度超过测定范围，可用盐酸溶液B稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

7.3 标准曲线的绘制：在7只具塞比色管中，分别加入0.00、0.10、0.30、0.50、1.00、1.50和2.00ml 铅标准溶液，各加盐酸溶液B至10.0ml，配成0.0、1.0、3.0、5.0、10.0、15.0和20.0 μg 铅标准系列。向各标准管中各加1ml 二甲酚橙溶液，摇匀。15min 后，于540nm 波长下测量吸光度。以吸光度均值对铅含量（ 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，由标准曲线得铅的含量（ 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）计算空气中铅的浓度：

$$C = \frac{2.5 m}{V_0} \dots\dots (2)$$

式中： C — 空气中铅的浓度， mg/m^3 ；

m — 测得样品溶液中铅的含量， μg ；

V_0 — 标准采样体积，L。

8.3 时间加权平均容许浓度按GBZ 159规定计算。

9 说明

9.1 本法的检出限为0.07 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；最低检出浓度为0.023 mg/m^3 （以采集75L空气样品计）。测定范围为0.07~2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；相对标准偏差为0.5%~5.3%。

9.2 本法的采样效率为95%~99%。消化回收率为98%~104%。

9.3 在消化不溶性铅化合物样品时，除去硫酸不能完全挥发干，近干为止。否则影响测定结果。样品溶液中若有白色沉淀，可取上清液测定。

9.4 锆络合物的颜色可稳定2h。

9.5 本法条件下，10倍的铁，50倍的钍，15倍的钛，60倍的钡、锶，80倍的铅，100倍的钙、镁，不干扰测定。因为锆与钍共存的比例约为100:1，故在浓度较低时钍的干扰可忽略不计。

9.6 本法可采用微波消解法。