

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.28—2017
代替 GBZ/T 160.23—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 28 部分：钨及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 28: Tungsten 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28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 160.23—2004《工作场所空气有毒物质测定 钨及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.23—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：

——钨及其化合物的酸消解-硫氰酸钾分光光度法

主要起草单位：江西省劳动卫生职业病防治研究所。

主要起草人：杨双才、黎小萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16103—1995；

——GBZ/T 160.23—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 28 部分：钨及其化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中钨及其化合物的酸消解-硫氰酸钾分光光度法。本部分适用于工作场所空气中气溶胶态钨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 钨及其化合物的基本信息

钨及其化合物的基本信息见表1。

表1 钨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
钨 (Tungsten)	7440-33-7	W	183.85

4 钨及其化合物的酸消解-硫氰酸钾分光光度法

4.1 原理

空气中气溶胶态钨及其化合物用微孔滤膜采集，酸消解后，在还原剂作用下，钨离子与硫氰酸钾反应生成黄色络合物；用分光光度计在400 nm波长下测量吸光度，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 容量瓶, 100 mL。
- 4.2.8 具塞比色管, 25 mL。
- 4.2.9 分光光度计, 具 1 cm 比色皿。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水, 用酸为优级纯, 试剂为分析纯。
- 4.3.2 消解液: 1 体积高氯酸 ($\rho_{20}=1.67$ g/mL) 与 9 体积硝酸 ($\rho_{20}=1.42$ g/mL) 混合中。
- 4.3.3 混合酸: 10 mL 硫酸 ($\rho_{20}=1.84$ g/mL) 缓缓加入 50 mL 水中, 冷却后, 加入 30 mL 磷酸 ($\rho_{25}=1.68$ g/mL), 用水稀释至 100 mL。
- 4.3.4 氯化亚锡溶液, 5 g/L: 0.5 g 氯化亚锡溶于 100 mL 6 mol/L 盐酸溶液中。
- 4.3.5 硫氰酸钾溶液, 250 g/L。
- 4.3.6 三氯化钛溶液, 15 g/L: 临用前, 用 3 mol/L 盐酸溶液稀释 10 mL 150 g/L 三氯化钛溶液到 100 mL。
- 4.3.7 标准溶液: 用水稀释国家认可的钨标准溶液成 1.0 mg/mL 钨标准应用液。

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 2 mL 消解液, 盖好表面皿, 在控温电热器上 180℃ 左右消解至溶液呈淡棕色。取下稍冷, 加入 20 mL 混合酸; 继续加热至冒白烟, 溶液无色透明为止。取下放冷, 用水定量转移残液入 100 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度。取 10.0 mL 样品溶液于具塞比色管中, 供测定。
- 4.5.2 工作曲线的制备: 取 5 支~8 支烧杯, 分别加入 0.0 mL~1.0 mL 钨标准应用液, 各加水至 1.0 mL, 配成 0.0 μg ~1000.0 μg 含量范围的钨工作系列。各加入 1 张微孔滤膜, 按样品处理操作后, 制成 100.0 mL。各取 10.0 mL 溶液置具塞比色管中, 向各标准管中加 5 mL 氯化亚锡溶液、2 mL 硫氰酸钾溶液, 再加 0.5 mL 三氯化钛溶液, 摇匀; 用分光光度计于 400 nm 波长下, 分别测定工作系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的钨含量 (μg) 绘制工作曲线或计算回归方程, 其相关系数应 ≥ 0.999 。
- 4.5.3 样品测定: 用测定工作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钨的含量 (μg)。若样品溶液中钨浓度超过测定范围, 用水稀释后测定, 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)计算空气中钨的浓度:

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

式中:

C ——空气中钨的浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

M ——测得的样品溶液中钨的含量(减去样品空白),单位为微克(μg);

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 本法按照GBZ/T 210.4的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 $0.3 \mu\text{g}/\text{mL}$,定量测定范围为 $0.3 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 10 \mu\text{g}/\text{mL}$;以采集75 L空气样品计,最低定量浓度为 $0.4 \text{ mg}/\text{m}^3$;相对标准偏差为 $1.3\% \sim 3.4\%$,采样效率为 $92\% \sim 100\%$ 。

4.7.2 在样品处理时,消解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。若三氯化钛被氧化,应加入锌粒进行处理。

4.7.3 样品溶液中 $200 \mu\text{g}$ 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。