

# 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.29—2017

代替 GBZ/T 160.24—2004

---

## 工作场所空气有毒物质测定 第 29 部分：钒及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 29: Vanadium 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29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 160.24—2004《工作场所空气有毒物质测定 钒及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.24—2004相比，主要修改如下：

- 删除了催化极谱法；
- 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：

- 钒及其化合物的酸消解-N-肉桂酰-邻甲苯羟胺分光光度法

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。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16105—1995；
- GBZ/T 160.24—2004。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第29部分：钒及其化合物

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中钒及其化合物的酸消解-N-肉桂酰-邻甲苯羟胺分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中气溶胶态钒及其化合物(包括五氧化二钒和钒铁合金等)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 钒及其化合物的基本信息

钒及其化合物的基本信息见表1。

表1 钒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/ 分子式	相对原子质量/ 相对分子质量
钒 (Vanadium)	7440-62-2	V	50.94
五氧化二钒 (Vanadium pentoxide)	1314-62-1	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	181.9
钒铁合金 (Ferrovanadium alloy)	—	—	—

### 4 钒及其化合物的酸消解-N-肉桂酰-邻甲苯羟胺分光光度法

#### 4.1 原理

空气中气溶胶态钒及其化合物(包括五氧化二钒和钒铁合金等)用微孔滤膜采集,酸消解后,在盐酸溶液中,钒离子与N-肉桂酰-邻-甲苯羟胺反应生成红色络合物,用氯仿萃取后,用分光光度计在530 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  $\mu\text{m}$ 。
- 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 刻度分液漏斗，100 mL。
- 4.2.8 具塞比色管，10 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 硫酸， $\rho_{20}=1.84$  g/mL。
- 4.3.3 硝酸， $\rho_{20}=1.42$  g/mL。
- 4.3.4 高氯酸， $\rho_{20}=1.67$  g/mL。
- 4.3.5 磷酸， $\rho_{25}=1.68$  g/mL。
- 4.3.6 盐酸， $\rho_{25}=1.18$  g/mL。
- 4.3.7 高锰酸钾溶液，2.5 g/L。
- 4.3.8 氨基磺酸溶液，0.5 g/L。
- 4.3.9 饱和氟化钠溶液。
- 4.3.10 氢氧化钠溶液，50 g/L。
- 4.3.11 硫酸溶液，50% (体积分数)。
- 4.3.12 N-肉桂酰-邻-甲苯羟胺氯仿溶液，2.5 g/L：0.25 g N-肉桂酰-邻-甲苯羟胺溶于氯仿，稀释至 100 mL。
- 4.3.13 标准溶液：用水稀释国家认可的钒标准溶液成 10.0  $\mu\text{g/mL}$  钒标准应用液。

### 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 2.5 mL 硫酸和 5 mL 硝酸，盖好表面皿，在控温电热器上 200 $^{\circ}\text{C}$  左右缓缓消解至溶液透明。取下稍冷，小心加入 5 滴高氯酸，继续消解至冒白烟时为止；取下放冷后，加 2 mL 磷酸和 5 mL 水，再加热至有气泡逸出，并冒白烟为止。用水定量转移消解溶液入具塞比色管中，并稀释至 10.0 mL。取 5.0 mL 样品溶液于刻度分液漏斗中，加 7 mL 水，供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支刻度分液漏斗，分别加入 0.0 mL~5.0 mL 钒标准应用液，各加水至 10.0 mL，配成 0.0  $\mu\text{g}$ ~50.0  $\mu\text{g}$  含量范围的钒标准系列；向各标准管加入 1.0 mL 硫酸和 1.0 mL

磷酸；滴加高锰酸钾溶液至溶液呈稳定的淡红色，放置 2 min。加入 2 mL 氨基磺酸溶液和 2 mL 饱和氟化钠溶液，随即加入 8 mL 盐酸，使最后溶液为 4 mol/L 盐酸，再加水稀释至 25 mL，摇匀。加入 5.0 mL N-肉桂酰-邻-甲苯羟胺氯仿溶液，振摇 2 min。放置分层后，用滤纸条擦去分液漏斗下口管内水分，将氯仿层放入比色皿中，用分光光度计于 530 nm 波长下，分别测定标准系列各管的吸光度。以测得的吸光度对相应的钒含量（ $\mu\text{g}$ ）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 $\geq 0.999$ 。

4.5.3 样品测定：从向各样品管和样品空白管滴加高锰酸钾溶液开始，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钒的含量（ $\mu\text{g}$ ）。若样品溶液中钒浓度超过测定范围，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）计算空气中钒的浓度：

$$C = \frac{2M}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$ ——空气中钒的浓度，单位为毫克每立方米（ $\text{mg}/\text{m}^3$ ）；

$M$ ——测得的5mL样品溶液中钒的含量（减去样品空白），单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V_0$ ——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（ $C_{\text{TWA}}$ ）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 0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低定量浓度为 0.027  $\text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为 0.6%~5.0%，平均采样效率 $\geq 95\%$ ，平均消解回收率为 93.9%。

4.7.2 在样品处理时，加入磷酸后，加热温度不能过高，消解时间不能过久，否则易出现胶状物质，影响测定。

4.7.3 盐酸浓度对络合物的萃取有很大影响，合适酸度为 4 mol/L 盐酸溶液。

4.7.4 四价钛不干扰测定。20  $\mu\text{g}$  六价铬和 200  $\mu\text{g}$  三价铁干扰测定。加入 2 mL 100 g/L 六偏磷酸钠，可消除铁的干扰。