

# 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.32—2017

代替 GBZ/T 160.26—2004

---

## 工作场所空气有毒物质测定 第 32 部分：锆及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 32: Zirconium 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32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 160.26—2004《工作场所空气有毒物质测定 铅及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.26—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：

——铅及其化合物的酸消解-二甲酚橙分光光度法

主要起草单位：山东省职业卫生与职业病防治研究院。

主要起草人：樊华民、仇保荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16108—1995；

——GBZ/T 160.26—2004。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第 32 部分：锆及其化合物

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中锆及其化合物的酸消解-二甲酚橙分光光度法。本部分适用于工作场所空气中气溶胶态锆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 锆及其化合物的基本信息

锆及其化合物的基本信息见表1。

表1 锆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
锆及其化合物 (Zirconium and compounds)	7440-67-7 (Zr)	Zr	91.22

### 4 锆及其化合物的酸消解-二甲酚橙分光光度法

#### 4.1 原理

空气中气溶胶态锆及其化合物用微孔滤膜采集，酸消解后，在还原剂作用下，锆离子与二甲酚橙反应生成红色络合物；用分光光度计在540 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 40mm。

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 具塞比色管, 25 mL。
- 4.2.7 瓷坩埚。
- 4.2.8 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 盐酸溶液 A, 6.0 mol/L。
- 4.3.3 盐酸溶液 B, 0.5 mol/L。
- 4.3.4 硫酸铵溶液: 10 g 硫酸铵溶于 30 mL 硫酸 ( $\rho_{20}=1.84$  g/mL) 中。
- 4.3.5 二甲酚橙溶液, 0.4 g/L。在冰箱中可保存 4 个月。
- 4.3.6 标准溶液: 用盐酸溶液 B 稀释国家认可的铅标准溶液成 10.0  $\mu\text{g/mL}$  铅标准应用液。

### 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

- 4.5.1.1 水溶性铅化合物样品: 将采过样的微孔滤膜放入烧杯中, 加 10 mL 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 25.0 mL, 取 10.0 mL 样品溶液于另一具塞比色管中, 供测定。
- 4.5.1.2 偏铅酸钠样品: 将采过样的微孔滤膜放入烧杯中, 加 10 mL 盐酸溶液 A, 在电炉上加热煮沸至样品溶液余约 2 mL, 注意不能煮干! 取下冷却, 用盐酸溶液 B 定量转移入具塞比色管中, 稀释至 25.0 mL, 取 10.0 mL 样品溶液于另一具塞比色管中, 供测定。
- 4.5.1.3 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, 在电炉上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 1 mL 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 溶解, 并定量转移入具塞比色管中, 并稀释至 25.0 mL, 取 10.0 mL 样品溶液于另一具塞比色管中, 供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备: 取 5 支~8 支具塞比色管, 分别加入 0.0 mL~2.0 mL 铅标准应用液, 各加盐酸溶液 B 至 10.0 mL, 配成 0.0  $\mu\text{g/mL}$ ~2.0  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围的铅标准系列。向标准管中各加 1 mL 二甲酚橙溶液, 摇匀, 15 min 后, 用分光光度计在 540 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铅浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) 绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应  $\geq 0.999$ 。
- 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铅的浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )。若样品溶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。

### 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)计算空气中锆的浓度:

$$C = \frac{25C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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

25——样品溶液的体积,单位为毫升 (mL);

$C_0$  ——测得的样品溶液中锆的浓度(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 ( $C_{\text{TWA}}$ ) 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  $0.07 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量测定范围为  $0.07 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 2 \mu\text{g}/\text{mL}$ ; 以采集 75 L 空气样品计, 最低定量浓度为  $0.023 \text{ mg}/\text{m}^3$ ; 相对标准偏差为  $0.5\% \sim 5.3\%$ , 采样效率为  $95\% \sim 99\%$ , 消化回收率为  $98\% \sim 104\%$ 。

4.7.2 在消解不溶性锆化合物样品时, 除去硫酸时不能完全挥发干, 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。

4.7.3 生成的锆络合物的颜色可稳定 2 h。

4.7.4 本法条件下, 样品溶液中 10 倍量的铁、50 倍量的钪、15 倍量的钛、60 倍量的钡或锶、80 倍量的铅、100 倍量的钙或镁, 不干扰测定。因为锆与钪共存的比例约为 100:1, 故在浓度较低时钪的干扰可忽略不计。