

## 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.26—2017  
部分代替 GBZ/T 160.22—2004

---

### 工作场所空气有毒物质测定 第 26 部分：锡及其无机化合物

Determination of toxic substances in workplace air—  
Part 26: Tin and its inorganic 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26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 160.22—2004《工作场所空气有毒物质测定 锡及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.22—2004相比，主要修改如下：

——修改了标准名称；

——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：

——二氧化锡的干灰化-栎精分光光度法

主要起草单位：四川省劳动卫生职业病防治研究所。

主要起草人：林葆华。

——锡及其无机化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法

主要起草单位：四川省疾病预防控制中心、湖北省武汉市职业病防治院。

主要起草人：武皋绪、赵承礼、黄忠科、宋为丽、艾中元、张莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16216—1996 附录A；

——GB/T 17062—1997；

——GBZ/T 160.22—2004。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第 26 部分：锡及其无机化合物

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中锡及其无机化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法和二氧化锡的干灰化-栎精分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中锡及其无机化合物（包括二氧化锡等）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 锡及其无机化合物的基本信息

锡及其无机化合物的基本信息见表1。

表1 锡及其无机化合物的基本信息

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
锡 (Tin)	7440-31-5	Sn	118.7
二氧化锡 (Tin dioxide)	18282-10-5	SnO <sub>2</sub>	150.7

### 4 锡及其无机化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法

#### 4.1 原理

空气中气溶胶态锡及其无机化合物用微孔滤膜采集，酸消解后，用乙炔-空气火焰原子吸收分光光度计在224.6 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 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 具塞刻度试管，10 mL。
- 4.2.8 容量瓶，25 mL。
- 4.2.9 原子吸收分光光度计，具乙炔-空气火焰燃烧器和锡空心阴极灯。

#### 4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水，用酸为优级纯。
- 4.3.2 消解液：1 体积硝酸（ $\rho_{20}=1.42$  g/mL）与 9 体积盐酸（ $\rho_{20}=1.18$  g/mL）混合。
- 4.3.3 盐酸溶液，10%（体积分数）。
- 4.3.4 标准溶液：用水稀释国家认可的锡标准溶液成 500.0  $\mu\text{g/mL}$  锡标准应用液。

#### 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，加入 4 mL 消解液，盖上表面皿。在控温电热器上 130℃ 左右消解至消解液体积约 0.5 mL；取下放冷后，用盐酸溶液定量转移入具塞刻度试管中，并定容至 10.0 mL，样品溶液供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支 25 mL 容量瓶，分别加入 0.0 mL~6.0 mL 锡标准应用液，用盐酸溶液定容，配成 0.0  $\mu\text{g/mL}$ ~120.0  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围的锡标准系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态，在 224.6 nm 波长下，用乙炔-空气富燃气火焰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锡浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）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锡的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。若样品溶液中锡浓度超过测定范围，用盐酸溶液稀释后测定，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）计算空气中锡的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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

10——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$C_0$ ——测得的样品溶液中锡的浓度（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。本法的检出限为  $0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为  $1.6 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为  $1.6 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 120 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低检出浓度为  $0.07 \text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为  $0.2 \text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为  $1.5\% \sim 1.8\%$ ，采样效率为  $98.9\% \sim 99.8\%$ ，加标回收率为  $98.2\% \sim 102.4\%$ 。

4.7.2 样品溶液中锡浓度为  $40 \mu\text{g}/\text{mL}$  时， $500 \mu\text{g}/\text{mL}$   $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ ， $100 \mu\text{g}/\text{mL}$   $\text{Na}^+$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{6+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ ， $50 \mu\text{g}/\text{mL}$   $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$  不干扰测定。

4.7.3 本法不能测定锡的氧化物及以气体或蒸气态存在的锡化合物。若测定锡的氧化物，可采用二氧化锡的干灰化-栎精分光光度法中的样品处理方法。计算时，将锡浓度乘以系数 1.28 为二氧化锡的浓度。

### 5 二氧化锡的干灰化-栎精分光光度法

#### 5.1 原理

空气中二氧化锡用微孔滤膜采集，灰化后，锡离子在酸性溶液中、硫脲存在下与栎精反应生成黄色络合物，用分光光度计在  $440 \text{nm}$  波长下测定吸光度，进行定量。

#### 5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜，孔径  $0.8 \mu\text{m}$ 。

5.2.2 大采样夹，滤料直径为  $37 \text{mm}$  或  $40 \text{mm}$ 。

5.2.3 小采样夹，滤料直径为  $25 \text{mm}$ 。

5.2.4 空气采样器，流量范围为  $0 \text{L}/\text{min} \sim 2 \text{L}/\text{min}$  和  $0 \text{L}/\text{min} \sim 10 \text{L}/\text{min}$ 。

5.2.5 铁坩埚或镍坩埚， $30 \text{mL}$ 。

5.2.6 高温炉。

5.2.7 具塞比色管， $25 \text{mL}$ 。

5.2.8 分光光度计，具  $1 \text{cm}$  比色皿。

#### 5.3 试剂

5.3.1 实验用水为去离子水，用酸为优级纯，试剂为分析纯。

5.3.2 栎精（槲皮素）乙醇溶液， $1 \text{g}/\text{L}$ 。

5.3.3 硫脲溶液， $50 \text{g}/\text{L}$ 。

5.3.4 盐酸溶液 A， $4 \text{mol}/\text{L}$ 。

5.3.5 盐酸溶液 B， $1 \text{mol}/\text{L}$ 。

5.3.6 氢氧化钠溶液 A， $400 \text{g}/\text{L}$ 。

5.3.7 氢氧化钠溶液 B， $40 \text{g}/\text{L}$ 。

5.3.8 乙醇， $95\%$ （体积分数）。

5.3.9 标准溶液：用盐酸溶液 B 稀释国家认可的锡标准溶液成  $20.0 \mu\text{g}/\text{mL}$  二氧化锡标准应用液。

#### 5.4 样品的采集、运输和保存

5.4.1 采样按照 GBZ 159 执行。

5.4.2 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。

5.4.3 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。

5.4.4 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。

5.4.5 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。

## 5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理：将采过样的微孔滤膜放入坩埚中，在电炉上加热炭化后，加入 1.5 mL 氢氧化钠溶液 A，在电炉上加热除去水分，移入 300°C 高温炉内加热，再升温至 700°C，保持 15 min，取出冷却。熔融物用 8 mL 水煮沸溶解，用慢速定量滤纸过滤入具塞比色管中，用 2 mL 沸水洗涤坩埚 2 次，洗涤液过滤入具塞比色管中，放冷后，用水稀释至 10.0 mL。摇匀，样品溶液供测定。

5.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支具塞比色管，分别加入 0.0 mL~1.0 mL 二氧化锡标准应用液，各加盐酸溶液 B 至 1.0 mL，配成 0.0 μg/mL~20.0 μg/mL 浓度范围的二氧化锡标准系列。向各标准管中加入 0.5 mL 氢氧化钠溶液 B、2 mL 硫脲溶液、2 mL 乙醇，摇匀；加入 1.0 mL 柞精溶液，摇匀；放置 15 min，用分光光度计于 440 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二氧化锡浓度（μg/mL）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥0.999。

5.5.3 样品测定：分别取 1.0 mL 样品溶液和样品空白溶液，按照测定标准系列的操作条件进行测定，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得溶液中二氧化锡的浓度（μg/mL）。若样品溶液中二氧化锡浓度超过测定范围，用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

## 5.6 计算

5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式（2）计算空气中二氧化锡的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C——空气中二氧化锡的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m<sup>3</sup>）；

10——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C<sub>0</sub>——测得的样品溶液中二氧化锡的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；

V<sub>0</sub>——标准采样体积，单位为升（L）。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度（C<sub>TWA</sub>）按 GBZ 159 规定计算。

## 5.7 说明

5.7.1 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 0.8 μg/mL，定量测定范围为 0.8 μg/mL~20 μg/mL；以采集 75 L 空气样品计，最低定量浓度为 0.11 mg/m<sup>3</sup>；相对标准偏差为 1.8%~6.7%，平均采样效率为 96.9%。

5.7.2 本法的最适反应条件：酸度为 0.01 mol/L~0.1 mol/L 盐酸溶液，柞精乙醇溶液用量为 1.0 mL~2.0 mL，硫脲溶液用量为 0.5 mL~2.5 mL。

5.7.3 样品溶液中 1 倍量的锑对测定稍有干扰。

5.7.4 新的铁坩埚和镍坩埚应经灼烧，除去油污后洗净，用盐酸溶液（1+3）浸泡除锈，再用体积分数均为5%的硝酸溶液和硫酸溶液的等体积混合溶液浸泡5 min后，洗净晾干，在700℃钝化处理5 min~10 min。

---