

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.24—2017

代替 GBZ/T 160.20—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 24 部分：钽及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 24: Tantalum 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24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 160.20—2004《工作场所空气有毒物质测定 钽及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.20—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：

——钽及其化合物的干灰化-碘绿分光光度法

主要起草单位：湖南省劳动卫生职业病防治所。

主要起草人：陈裕旭。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.20—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 24 部分：钽及其化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中钽及其化合物的干灰化-碘绿分光光度法。本部分适用于工作场所空气中气溶胶态钽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 钽及其化合物的基本信息

钽及其化合物的基本信息见表1。

表1 钽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
钽 (Tantalum)	7440-25-7	Ta	180.95

4 钽及其化合物的干灰化-碘绿分光光度法

4.1 原理

空气中的气溶胶态钽及其化合物用微孔滤膜采集，经灰化，在酸性溶液中，钽离子与氟离子络合，再与碘绿生成紫蓝色络合物，用苯萃取后，用分光光度计于600 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 铂坩埚。

4.2.6 容量瓶，100 mL。

- 4.2.7 具塞比色管, 25 mL。
- 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, 试剂除注明外为分析纯。
- 4.3.2 焦硫酸钾。
- 4.3.3 柠檬酸溶液 A, 100 g/L。
- 4.3.4 柠檬酸溶液 B, 50 g/L。
- 4.3.5 硫酸溶液, 0.5 mol/L。
- 4.3.6 氟化钠溶液, 42 g/L, 用塑料瓶装。
- 4.3.7 碘绿溶液, 5.0 g/L。
- 4.3.8 苯, 优级纯。
- 4.3.9 标准溶液: 用水稀释国家认可的钽标准溶液成 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 钽标准应用液。

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。样品在室温下可长时间保存。
- 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铂坩埚中, 在酒精喷灯上烧成灰烬; 加 1.5 g 焦硫酸钾, 熔融到透明。冷却后, 加入 10 mL 柠檬酸溶液 B, 加热溶解凝块, 用水定量转移入 100 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度。摇匀, 取 4.0 mL 样品溶液于具塞比色管中, 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 钽标准应用液, 各加水至 4.0 mL, 配成 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~5.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的钽标准系列。向各标准管依次加入 1 mL 柠檬酸溶液 A、1 mL 硫酸溶液和 1 mL 氟化钠溶液, 摇匀。静置 3 min, 加入 3 mL 碘绿溶液, 摇匀; 加入 5.0 mL 苯, 塞紧比色管, 振摇 1 min; 静置分层后, 取苯层, 用分光光度计在 600 nm 波长下, 分别测量标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的钽浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应 ≥ 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钽的浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。若样品溶液中钽浓度超过测定范围, 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) 计算空气中钽的浓度:

$$C = \frac{100C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中钼的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

100——样品溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

C_0 ——测得的样品溶液中钼的浓度（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_{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 $0.11 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $0.11 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 5 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低定量浓度为 $0.15 \text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为 $2.8\% \sim 6.8\%$ ，平均采样效率为 98.2% ，平均消解回收率为 100.1% 。

4.7.2 样品熔融至透明即可，否则，凝块很难溶解，影响测定结果。

4.7.3 测定吸光度时，在 20 min 内测定完毕，倒入比色皿后应尽快测定，否则吸光度会缓慢下降。用丙酮浸泡比色皿可提高测定的稳定性。

4.7.4 样品溶液中 20 mg 钴，10 mg 钙，1 mg 铬，0.5 mg 铜、镍、锰，0.1 mg 汞、镉、铁，0.02 mg 硒，不干扰测定。

4.7.5 用苯提取和测定吸光度的操作应在通风柜内进行，并注意个人防护。