

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.45—2017
部分代替 GBZ/T 160.30—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 45 部分：五氧化二磷和五硫化二磷

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 45: Phosphorus pentoxide and phosphorus pentasulfide

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45部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由GBZ/T 160.30—2004《工作场所空气有毒物质测定 无机含磷化合物》中分出，单独成为本部分，并做了如下主要修改：

- 修改了标准名称；
- 改进了五氧化二磷的溶液吸收-钼酸铵分光光度法的操作步骤；
- 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：

- 五氧化二磷的溶液吸收-钼酸铵分光光度法

主要起草单位：湖北省疾病预防控制中心、江苏创新安全检测评价有限公司。

主要起草人：梁禄、来爱平、刘德成。

- 五硫化二磷的溶液吸收-对氨基二甲基苯胺分光光度法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：杨晓忠、叶能权。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16036—1995；
- GBZ/T 160.30—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第45部分：五氧化二磷和五硫化二磷

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中五氧化二磷的溶液吸收-钼酸铵分光光度法和五硫化二磷的溶液吸收-对氨基二甲基苯胺分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中五氧化二磷和五硫化二磷浓度的检测。

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 五氧化二磷和五硫化二磷的基本信息

五氧化二磷和五硫化二磷的基本信息见表1。

表1 五氧化二磷和五硫化二磷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
五氧化二磷 (Phosphorus pentoxide)	1314-56-3	P ₂ O ₅	141.94
五硫化二磷 (Phosphorus pentasulfide)	1314-80-3	P ₂ S ₅	222.24

4 五氧化二磷的溶液吸收-钼酸铵分光光度法

4.1 原理

空气中的蒸气态和雾态五氧化二磷用装有水的多孔玻板吸收管采集，生成的磷酸与钼酸铵反应，并被还原成磷钼蓝，用分光光度计在680nm波长下测量吸光度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 多孔玻板吸收管。

4.2.2 空气采样器，流量范围为0L/min~2L/min。

4.2.3 具塞比色管，10mL。

4.2.4 恒温水浴。

4.2.5 分光光度计，具 1cm 比色皿。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为去离子水，试剂为分析纯。

4.3.2 硫酸溶液，3mol/L。

4.3.3 酸性钼酸铵溶液，15g/L：用硫酸溶液配制。

4.3.4 氯化亚锡溶液，25g/L：2.5g 氯化亚锡溶于 100mL 丙三醇中，室温下可使用 1 个月。

4.3.5 标准溶液：准确称取 0.2454g 磷酸氢二钾（ K_2HPO_4 ，在 105℃干燥 1h），溶于水中，定量转移入 100mL 容量瓶中，并稀释至刻度，为 1.0mg/mL 标准贮备液。临用前，用水稀释成 10.0 μ g/mL 五氧化二磷标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

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，用装有 10.0mL 水的多孔玻板吸收管，以 1.0L/min 流量采集 \leq 15min 空气样品。采样后，立即封闭吸收管的进出气口，放入清洁容器中运输和保存。样品 24h 内测定。

4.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 10.0mL 水的多孔玻板吸收管的进出气口，并立即封闭，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：用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次，然后将样品溶液吹入具塞比色管中。盖塞，于沸水浴中 15min，取出冷却后，取 5.0mL 样品溶液，放入另一具塞比色管中，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 0.0mL~1.0mL 标准溶液，加水至 5.0mL，配成 0.0 μ g~10.0 μ g 含量范围的五氧化二磷标准系列。向各管加入 0.50mL 酸性钼酸铵溶液，摇匀；加 2 滴氯化亚锡溶液，摇匀；放置 10min 后，用分光光度计在 680nm 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五氧化二磷含量（ μ 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：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五氧化二磷的含量（ μ g）。若样品溶液中五氧化二磷浓度超过测定范围，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 的方法和要求将空气采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式（1）计算空气中五氧化二磷的浓度：

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

式中：

C ——空气中五氧化二磷的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

M ——测得的 5mL 样品溶液中五氧化二磷的含量（减去样品空白），单位为微克（ μ g）；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）。

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 $0.2\mu\text{g}/\text{mL}\sim 2\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 5L 空气样品计，最低定量浓度为 $0.4\text{mg}/\text{m}^3$ ；平均相对标准偏差为 9.7%，采样效率为 89%~100%。

4.7.2 磷钼络合物还原成磷钼蓝应在一定的酸度下进行，酸度过低则空白管呈蓝色。以氯化亚锡为还原剂时，最适宜的硫酸溶液浓度为 $0.4\text{mol}/\text{L}\sim 0.5\text{mol}/\text{L}$ ，加入的量应该一致。显色达到稳定后，应在 1h 内测定。

4.7.3 本法不是特殊反应，共存的五价磷干扰测定，三价磷不干扰测定。

5 五硫化二磷的溶液吸收-对氨基二甲基苯胺分光光度法

5.1 原理

空气中蒸气态和雾态五硫化二磷用装有碱性乙酸锌溶液的多孔玻板吸收管采集，加热水解生成磷化氢，在强酸性溶液中，硫酸铁铵存在下，与对氨基二甲基苯胺反应生成亚甲蓝，用分光光度计在 665nm 波长下测量吸光度，进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 多孔玻板吸收管。

5.2.2 空气采样器，流量范围为 $0\text{L}/\text{min}\sim 1\text{L}/\text{min}$ 。

5.2.3 具塞比色管，10mL。

5.2.4 恒温水浴。

5.2.5 分光光度计，具 1cm 比色皿。

5.3 试剂

5.3.1 实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

5.3.2 吸收液（碱性乙酸锌溶液）：将 1.5mL 三乙醇胺、0.4g 氢氧化钠、0.4g EDTA 和 0.1g 乙酸锌溶于刚煮沸过的水中，并稀释至 100mL。

5.3.3 硫酸溶液，22%（体积分数）。

5.3.4 对氨基二甲基苯胺溶液：50mL 硫酸（ $\rho_{20}=1.84\text{g}/\text{mL}$ ）慢慢加到 30mL 水中，12g 对氨基二甲基苯胺盐酸盐溶于此溶液中，置冰箱内可保存 1 个月。

5.3.5 硫酸铁铵溶液，90g/L。

5.3.6 显色剂：临用前，取 0.25mL 对氨基二甲基苯胺溶液，加硫酸溶液至 10mL，加入 2mL 硫酸铁铵溶液，混匀。若出现沉淀，则不能使用。

5.3.7 标准溶液：准确称取 0.1212g 五硫化二磷（含磷在 23% 以上），溶于吸收液中，并定容至 100mL，为 $1.0\text{mg}/\text{mL}$ 标准贮备液。临用前，用吸收液稀释成 $10.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 五硫化二磷标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

5.4.2 短时间采样：在采样点，用装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管，以 $500\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 $\geq 15\text{min}$ 空气样品。采样后，立即封闭吸收管的进出气口，置清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可保存 2d。

5.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管的进出气口，并立即封闭，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：用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次，然后将样品吸收液吹入具塞比色管中，用少量吸收液洗涤吸收管，洗涤液并入具塞比色管中；并加吸收液至 10.0mL，摇匀。在 A、B 两支具塞比色管中，各加入 4.0mL 样品溶液和 1mL 吸收液，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 0.0mL~1.50mL 标准溶液，各加吸收液至 5.0mL，配成 0.0 μ g/mL~3.0 μ g/mL 浓度范围的五硫化二磷标准系列。向各标准管中加入 0.5mL 显色剂，摇匀。置 50 $^{\circ}$ C 恒温水浴中 15min。取出冷却后，用分光光度计在 665nm 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五硫化二磷浓度 (μ g/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：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，但 A 管经加热水解，B 管不经加热水解。测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中五硫化二磷的浓度 (μ g/mL)。若样品溶液中五硫化二磷的浓度超过测定范围，用吸收液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将空气采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式 (2) 计算空气中五硫化二磷的浓度：

$$C = \frac{10 \times (C_A - C_B)}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——空气中五硫化二磷的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

10 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

C_A 、 C_B ——测得 A、B 管样品溶液中五硫化二磷的浓度 (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)。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

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 0.2 μ g/mL，定量测定范围为 0.2 μ g/mL~3.0 μ g/mL；以采集 7.5L 空气样品计，最低定量浓度为 0.3 mg/m^3 ；相对标准偏差为 2.1%~5.5%，平均采样效率为 96%。

5.7.2 本法不是特异反应。若样品溶液中硫化氢浓度超过 0.8 μ g/mL 时，将干扰测定；这时，应测定 A、B 管，以扣除硫化氢的值。若工作场所空气中不共存硫化氢，则不需测定 B 管。

5.7.3 若空气中五硫化二磷呈粉尘存在，可用超细玻璃纤维滤纸采集，10.0mL 热水洗脱后测定。