

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.54—2017

代替 GBZ/T 160.35—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 54 部分：碲及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 54: Tellurium 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54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 160.35—2004《工作场所空气有毒物质测定 砷及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.35—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：

——酸消解-原子荧光光谱法

主要起草单位：广东省深圳市宝安区疾病预防控制中心。

主要起草人：邹晓春、吴礼康。

——酸消解-火焰原子吸收光谱法

主要起草单位：云南省疾病预防控制中心。

主要起草人：代建云、刘淑波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.35—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第54部分：碲及其化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中碲及其化合物的酸消解-原子荧光光谱法和酸消解-火焰原子吸收光谱法。

本部分适用于工作场所空气中气溶胶态碲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 碲及其化合物的基本信息

碲及其化合物的基本信息见表1。

表1 碲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
碲及其化合物 (Tellurium and compounds)	13494-80-9 (Te)	Te	127.60

4 碲及其化合物的酸消解-原子荧光光谱法

4.1 原理

空气中气溶胶态碲及其化合物用微孔滤膜采集，酸消解后，在酸性溶液中，被还原生成碲化氢，碲化氢在原子化器内，生成游离基态碲原子，吸收214.3 nm 波长，发射出原子荧光，测定荧光强度，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~5 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 原子荧光光谱仪，具氢化物发生器和碲空心阴极灯。仪器操作参考条件：
 - a) 原子化器高度：8 mm；
 - b) 原子化器温度：200℃。

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 消解液：1 体积高氯酸（ $\rho_{20}=1.67$ g/mL）与 9 体积硝酸（ $\rho_{20}=1.42$ g/mL）混合。
- 4.3.3 盐酸溶液，10%（体积分数）。
- 4.3.4 三氯化铁溶液，1 g/L。
- 4.3.5 硼氢化钠（或硼氢化钾）溶液：1 g 硼氢化钠（或硼氢化钾）和 0.5 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水。
- 4.3.6 标准溶液：用盐酸溶液稀释国家认可的碲标准溶液成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 碲标准应用液。

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 2.0 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，放入清洁塑料袋或纸袋中，置清洁容器内运输和保存。样品在温室下可保存 7d。
- 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 5 mL 消解液，盖上表面皿，在控温电热器上 190℃左右缓缓消解至近干为止。用盐酸溶液定量转移残液入具塞刻度试管中，加 1 mL 三氯化铁溶液，再加盐酸溶液至 10.0 mL，摇匀，样品溶液供测定。
- 4.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支烧杯，各加入 1 张微孔滤膜，分别加入 0.0 mL~0.40 mL 碲标准应用液，按样品处理操作，制成 10.0 mL 溶液，为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~0.040 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的碲工作系列。参照仪器操作条件，将原子荧光光谱仪调节至最佳测定状态，在 214.3 nm 波长下，分别测定工作系列各浓度的荧光强度。以测得的荧光强度对相应的碲浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。
- 4.5.3 样品测定：用测定工作系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的荧光强度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中碲的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。若样品溶液中碲的浓度超过测定范围，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）计算空气中碲的浓度：

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

式中：

C ——空气中砷的浓度，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_0 ——测得的样品溶液中砷的浓度（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。本法的检出限为 $0.001 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $0.0033 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $0.0033 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 0.04 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 30 L 空气样品计，最低检出浓度为 $0.0003 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $0.001 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；平均相对标准偏差为 6.8%，平均采样效率为 98.5%，消解回收率为 96.8%~102.3%。

4.7.2 样品溶液中共存的钙、钾、镁、铁等元素不干扰本法。铜和铋等元素可产生负干扰，加入三氯化铁可消除。砷和锑也影响测定，可在消解时加几滴氢溴酸，即可除去。

5 砷及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法

5.1 原理

空气中气溶胶态砷及其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 214.3 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 mm 或 40 mm。

5.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm。

5.2.4 空气采样器，流量范围为 $0 \text{ L}/\text{min} \sim 5 \text{ L}/\text{min}$ 。

5.2.5 烧杯，50 mL。

5.2.6 控温电热器。

5.2.7 具塞刻度试管，10 mL。

5.2.8 原子吸收分光光度计，具乙炔-空气火焰燃烧器、背景校正装置和砷空心阴极灯。

5.3 试剂

5.3.1 实验用水为去离子水，酸为优级纯。

5.3.2 消解液：1 体积高氯酸（ $\rho_{20}=1.67 \text{ g}/\text{mL}$ ）与 9 体积硝酸（ $\rho_{20}=1.42 \text{ g}/\text{mL}$ ）混合。

5.3.3 盐酸溶液，1%（体积分数）。

5.3.4 氢溴酸。

5.3.5 标准溶液：用盐酸溶液稀释国家认可的砷标准溶液成 $1.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 砷标准应用液。

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，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 2.0 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，放入清洁塑料袋或纸袋中，置清洁容器内运输和保存。样品在温室下可保存 7d。
- 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，置清洁塑料袋或纸袋中，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烧杯中，加入 3 mL 消解液，盖上表面皿，在控温电热器上 190℃ 左右缓缓消解，滤膜完全溶解后，加 5 滴氢溴酸，继续消解至溶液透明为止。用水定量转移入具塞刻度试管中，并稀释至 10.0 mL，摇匀，样品溶液供测定。
- 5.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支烧杯，各加入 1 张微孔滤膜，分别加入 0.0 mL~10.0 mL 碲标准应用液；按样品处理操作，制成 10.0 mL 溶液，为 0.0 μg/mL~1.0 μg/mL 浓度范围的碲工作系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态，使用背景校正，在 214.3 nm 波长下，分别测定工作系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的碲浓度 (μg/mL) 绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999。
- 5.5.3 样品测定：用测定工作系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中碲的浓度 (μg/mL)。若样品溶液中碲的浓度超过测定范围，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) 计算空气中碲的浓度：

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

式中：

- C ——空气中碲的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m³)；
- 10 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- C_0 ——测得的样品溶液中碲的浓度 (减去样品空白)，单位为微克每毫升 (μg/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。本法的检出限为 0.01 μg/mL，定量下限为 0.033 μg/mL，定量测定范围为 0.033 μg/mL~1.0 μg/mL；以采集 30 L 空气样品计，最低检出浓度为 0.003 mg/m³，最低定量浓度为 0.01 mg/m³；平均相对标准偏差为 6.8%，平均采样效率 98.5%，消解回收率为 78%~96%。
- 5.7.2 样品中共存的元素不干扰本法；样品溶液中如有白色沉淀，可离心除去。