

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.52—2017
代替 GBZ/T 160.33—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 52 部分：氯化亚砷

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 52: Thionyl chloride

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52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 160.33—2004《工作场所空气有毒物质测定 硫化物》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；
- 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：

- 溶液吸收-硫氰酸汞分光光度法

主要起草单位：天津市疾病预防控制中心。

主要起草人：李建国、刘黛莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GBZ/T 160.33—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 52 部分 氯化亚砷

1 范围

GB/T 300的本部分规定了工作场所空气中氯化亚砷的溶液吸收-硫氰酸汞分光光度法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态和雾态氯化亚砷浓度的检测。

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 氯化亚砷的基本信息

氯化亚砷的基本信息见表1。

表1 氯化亚砷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
氯化亚砷 (Thionylchloride)	7719-09-7	SOCl ₂	119.0

4 氯化亚砷的溶液吸收-硫氰酸汞分光光度法

4.1 原理

空气中的蒸气态和雾态氯化亚砷用装有四氯化碳的多孔玻板吸收管采集,经氢氧化钠溶液萃取,游离出氯离子,与硫氰酸汞作用置换出硫氰酸根,与铁离子作用生成红色,用分光光度计在460 nm 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0 L/min~1 L/min。

4.2.3 具塞比色管,25 mL。

4.2.4 分光光度计,具1 cm 比色皿。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

4.3.2 四氯化碳。

4.3.3 硫氰酸汞乙醇溶液，4 g/L：0.4g 硫氰酸汞溶于 100 mL 95%（体积分数）乙醇中。

4.3.4 硫酸铁铵溶液，120 g/L：12 g 硫酸铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水，加 40 mL 硝酸（ $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$ ），用水稀释至 100 mL，如有沉淀应过滤。

4.3.5 氢氧化钠溶液，4 g/L。

4.3.6 标准溶液：容量瓶中加入四氯化碳，准确称量后，加入一定量的氯化亚砷，再准确称量，用四氯化碳稀释至刻度。由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液，置于冰箱中保存。临用前，用四氯化碳稀释成 20.0 $\mu\text{g/mL}$ 氯化亚砷标准溶液。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 10.0 mL 四氯化碳的多孔玻板吸收管，以 500 mL/min 流量采集 $\leq 15\text{min}$ 空气样品。采样后，立即封闭吸收管的进出气口，置清洁容器内运输和保存。样品在 24 h 内测定。

4.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 10.0 mL 四氯化碳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 次后，用 10.0 mL 氢氧化钠溶液定量转移入具塞比色管中，振摇 200 次，静置分层，取 5.0 mL 上层样品溶液，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 0.0 mL~5.0 mL 标准溶液，加四氯化碳至 5.0 mL，配成 0.0 μg ~100.0 μg 含量范围的氯化亚砷的标准系列。向各管加入 10.0 mL 氢氧化钠溶液，振摇 200 次，静置分层，取 5.0 mL 上层溶液，放入另一具塞比色管中。加入 1 mL 硫酸铁铵溶液，混匀。再加入 1.5 mL 硫氰酸汞溶液，混匀。用水稀释至 10.0 mL，混匀。放置 20 min 后，用分光光度计在 460 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氯化亚砷含量（ μg ）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：用测定标准系列的条件下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氯化亚砷的含量（ μg ）。若样品溶液中氯化亚砷的浓度超过测定范围，用氢氧化钠溶液稀释后测定，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）计算空气中氯化亚砷的浓度：

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

式中：

C ——空气中氯化亚砷的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

M ——测得的 5 mL 样品溶液中氯化亚砷含量（减去样品空白），单位为微克（ μg ）；

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 1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 1 $\mu\text{g/mL}$ ~20 $\mu\text{g/mL}$ ；以采集 7.5 L 空气样品计，最低定量浓度为 1.3 mg/m^3 ；相对标准偏差为 2.0%~3.8%，采样效率为 95.5%~99.0%。
- 4.7.2 样品呈色后，颜色可稳定 2 h。
- 4.7.3 用四氯化碳吸收空气中氯化亚砷，可消除与其共存的二氧化硫及氯化氢的干扰。
- 4.7.4 采样后，应尽快将吸收液转移至具塞比色管中，并立即用氢氧化钠溶液提取，取上层样品溶液保存，可保存 11 d。
- 4.7.5 四氯化碳的毒性大，操作时应注意防护。
-