

## 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.15—2017  
代替 GBZ/T 160.10—2004

---

### 工作场所空气有毒物质测定 第 15 部分：铅及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—  
Part 15: Lead 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15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 160.10—2004《工作场所空气有毒物质测定 铅及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.10—2004相比，主要修改如下：

——删除了铅的氢化物-原子吸收光谱法和微分电位溶出法；

——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：

——铅及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法

主要起草单位：安徽省疾病预防控制中心。

主要起草人：陈绯、裴镭。

——铅及其化合物的溶剂洗脱-双硫脲分光光度法

主要起草单位：陕西省疾病预防控制中心。

主要起草人：徐方礼。

——四乙基铅的溶剂解吸-石墨炉原子吸收光谱法

主要起草单位：山东省青岛市疾病预防控制中心。

主要起草人：贺宝芝、刘钢柱。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16009—1995；

——GB/T 16010—1995；

——GB/T 16011—1995；

——GBZ/T 160.10—2004。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第 15 部分：铅及其化合物

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中铅及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法和溶剂洗脱-双硫脲分光光度法，四乙基铅的溶剂解吸-石墨炉原子吸收光谱法。

本部分适用于工作场所空气中铅及其化合物（包括铅尘、铅烟和四乙基铅等）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 铅及其化合物的基本信息

铅及其化合物的基本信息见表1。

铅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
铅 (Lead)	7439-92-1	Pb	207.2
四乙基铅 (Tetraethyl lead)	78-00-2	Pb(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub>	323.44

### 4 铅及其化合物的酸消解-火焰原子吸收光谱法

#### 4.1 原理

空气中气溶胶态铅及其化合物（包括铅尘和铅烟等）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283.3 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，5 mL。
- 4.2.8 容量瓶，50 mL。
- 4.2.9 原子吸收分光光度计，具乙炔-空气火焰燃烧器和铅空心阴极灯。

### 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 硝酸溶液，1%（体积分数）。
- 4.3.4 标准溶液：用硝酸溶液稀释国家认可的铅标准溶液成 100.0  $\mu\text{g/mL}$  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 5 mL 消解液，盖上表面皿，在控温电热器上 200℃左右缓缓消解至溶液近干为止。取下，稍冷，用硝酸溶液将残液定量转移入具塞刻度试管中，并稀释至 5.0 mL，样品溶液供测定。若样品溶液中铅浓度超过测定范围，用硝酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支 50 mL 容量瓶，分别加入 0.0 mL~10.0 mL 铅标准应用液，用硝酸溶液定容，配成 0.0  $\mu\text{g/mL}$ ~20.0  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围的铅标准系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态，在 283.3 nm 波长下，用乙炔-空气贫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铅浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）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铅的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

### 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）计算空气中铅的浓度：

$$C = \frac{5C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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

5——样品溶液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$C_0$ ——测得的样品溶液中铅的浓度（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（ $\text{L}$ ）。

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  $0.06 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为  $0.2 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为  $0.2 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 20 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 75L 空气样品计，最低检出浓度为  $0.004 \text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为  $0.013 \text{mg}/\text{m}^3$ ；平均相对标准偏差为 4.0%，平均采样效率 98.5%。

4.7.2 微孔滤膜在使用前应测定其空白，若空白高，可用硝酸溶液洗涤、晾干后使用。

4.7.3 本法测得的是总铅，不能分别检测铅尘和铅烟及其他铅化合物。

4.7.4 样品也可采用微波消解法。

4.7.5 样品溶液中含有  $100 \mu\text{g}/\text{mL} \text{Sn}^{4+}$  或  $\text{Zn}^{2+}$  会产生一定的正干扰；在微酸性溶液中， $\text{W}^{6+}$  也有干扰，加入酒石酸可消除。

4.7.6 在检测低浓度铅时，本法也可使用  $217.0 \text{nm}$  进行测定，但要注意共存物的干扰。

### 5 铅及其化合物的溶剂洗脱-双硫腙分光光度法

#### 5.1 原理

空气中铅烟和铅尘用微孔滤膜采集，硝酸溶液洗脱后，铅离子在  $\text{pH } 8.5 \sim 11.0$  溶液中与双硫腙反应生成的双硫腙铅红色络合物，氯仿萃取后，用分光光度计在  $520 \text{nm}$  波长下，测定萃取液的吸光度，进行定量。根据分析步骤不同，可分为混色法和单色法：

a) 混色法：用双硫腙氯仿溶液萃取后，在绿色双硫腙与红色双硫腙铅共存下测定吸光度，进行定量；

b) 单色法：在双硫腙氯仿溶液萃取后，用洗除液洗去剩余的绿色双硫腙后，测定红色双硫腙铅的吸光度，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  $0 \text{L}/\text{min} \sim 2 \text{L}/\text{min}$  和  $0 \text{L}/\text{min} \sim 10 \text{L}/\text{min}$ 。

5.2.5 烧杯， $50 \text{mL}$ 。

5.2.6 控温电热器。

5.2.7 具塞比色管， $25 \text{mL}$ 。

5.2.8 分光光度计，具 1 cm 比色皿。

### 5.3 试剂

5.3.1 实验用水为去离子水，试剂和酸为优级纯。

5.3.2 硝酸溶液 A，3%(体积分数)。

5.3.3 硝酸溶液 B，1%(体积分数)。

5.3.4 双硫脲氯仿溶液：用氯仿溶解双硫脲，配成于 500 nm 波长下测量透光度为 60% 的溶液，溶液应为翠绿色。储存在棕色瓶中，置于冰箱内保存。

5.3.5 酚红溶液，0.4 g/L：0.04 g 酚红放在小乳钵中，加少量水研磨溶解后，转移入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度。

5.3.6 柠檬酸铵溶液，500 g/L。

5.3.7 盐酸羟胺溶液，200 g/L。

5.3.8 氰化钾溶液，100 g/L。

5.3.9 洗除液：1 mL 氰化钾溶液和 3 mL 氨水混合后，用水稀释至 100 mL。

5.3.10 标准溶液：用硝酸溶液 B 稀释国家认可的铅标准溶液成 10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  铅标准应用液。

### 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 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烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液 A，在控温电热器上缓缓煮沸约 30 min。用硝酸溶液 A 将溶液定量转移入具塞比色管中，滤膜留在烧杯内。待溶液冷却后，再稀释至 25.0 mL。摇匀后，取 10.0 mL 样品溶液于另一具塞比色管中，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~0.80 mL 铅标准应用液，各加硝酸溶液 A 至 10.0 mL，配成 0.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.80  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围的铅标准系列。

5.5.2.1 混色法：向各标准管中加入 0.5 mL 柠檬酸铵溶液、2 滴盐酸羟胺溶液和 1 滴酚红溶液，摇匀；用氨水调溶液呈红色，再多加 2 滴~3 滴，使溶液 pH 为 9~10；加入 0.5 mL 氰化钾溶液，摇匀；准确加入 5.0 mL 双硫脲氯仿溶液，塞紧具塞比色管，振摇 100 次；放置 10 min，弃去水层，取氯仿层，用分光光度计于 520 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铅浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应  $\geq 0.999$ 。

5.5.2.2 单色法：向混色法所得的氯仿层中加入 15 mL 洗除液，塞紧具塞比色管，振摇 50 次；放置 10 min，弃去水层，必要时可再洗 1 次。取氯仿层，用分光光度计于 520 nm 波长下，分别测量标准系

列各浓度的吸光度。以测定的吸光度对相应的铅浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) 绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应  $\geq 0.999$ 。

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。测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中铅的浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )。若浓度超过测定范围, 用氯仿稀释后测定, 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) 计算空气中铅的浓度:

$$C = \frac{25C_0}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

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

25——样品溶液体积, 单位为毫升 (mL);

$C_0$ ——测得的样品溶液中铅的浓度 (减去样品空白), 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );

$V_0$ ——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  $0.05 \mu\text{g/mL}$ , 定量测定范围为  $0.05 \mu\text{g/mL} \sim 0.80 \mu\text{g/mL}$ ; 以采集 75 L 空气样品计, 最低定量浓度为  $0.02 \text{ mg/m}^3$ ; 相对标准偏差为  $0.9\% \sim 6.7\%$ , 平均采样效率  $98.5\%$ 。

5.7.2 本法测得的是可溶于硝酸溶液 (5.3.2) 的铅尘和铅烟, 不能分别检测铅尘和铅烟及其它铅化物。

5.7.3 本法最适宜的 pH 为  $8.5 \sim 11.0$ , 必须调节溶液 pH 在此范围内。否则影响测定结果的准确性。

5.7.4 本法所用的试剂空白应低, 否则必须提纯。特别是双硫脲, 易被氧化。

5.7.5 在本法的 pH 条件下, 加入氰化钾后, 除 Bi、Sn、Tl 外, 大多数金属离子不干扰测定。在 pH  $2 \sim 3$  时, 用双硫脲溶液预提取, 可消除 Bi 和 Sn 的干扰。用强碱性溶液对双硫脲溶液进行反提取, 可使 Pb 进入水层而与 Tl 分离。

5.7.6 本法使用氰化钾等有毒化学物质, 操作应遵循有关规定, 并注意个人防护。

5.7.7 双硫脲提纯方法: 称取  $0.1 \text{ g}$  双硫脲, 溶于  $50 \text{ mL}$  氯仿中, 置于  $250 \text{ mL}$  分液漏斗中, 每次用  $30 \text{ mL}$   $1+100$  氨水溶液萃取 2 次  $\sim 3$  次, 合并氨水溶液; 经过滤, 用盐酸酸化, 析出双硫脲; 用氯仿萃取, 得双硫脲氯仿溶液, 储存在棕色瓶中, 置于冰箱内保存。使用时用氯仿稀释成所需溶液。

5.7.8 若柠檬酸铵含有铅, 需按下面操作除铅:  $50 \text{ g}$  柠檬酸铵溶于适量水中, 倒入  $250 \text{ mL}$  分液漏斗中, 加几滴酚红溶液, 用氨水调节溶液为红色, 再加几滴氨水, 使 pH 为  $8.5 \sim 11.0$ ; 用适量双硫脲氯仿溶液萃取铅, 直至双硫脲氯仿溶液绿色不变为止; 再用氯仿萃取溶液中残留的双硫脲, 直至氯仿层无色为止; 水层用水稀释至  $100 \text{ mL}$ 。

## 6 四乙基铅的溶剂解吸-石墨炉原子吸收光谱法

### 6.1 原理

空气中的蒸气态四乙基铅用活性炭采集，酸解吸后，用石墨炉原子吸收分光光度计在283.3 nm波长下测定吸光度，进行定量。

## 6.2 仪器

- 6.2.1 活性炭管，热解吸型，内装 100 mg 活性炭。
- 6.2.2 空气采样器，流量范围为 0 mL/min~500 mL/min。
- 6.2.3 溶剂解吸瓶，5 mL。
- 6.2.4 烧杯，50 mL。
- 6.2.5 控温电热器。
- 6.2.6 原子吸收分光光度计，具石墨炉原子化器、背景校正和铅空心阴极灯。仪器操作参考条件：
  - a) 干燥：80℃~120℃，20 s，保持 20 s；
  - b) 灰化：400℃，保持 30 s；
  - c) 原子化：2100℃，1 s，停气；
  - d) 净化：2300℃，3 s。

## 6.3 试剂

- 6.3.1 实验用水为去离子水，用酸为优级纯。
- 6.3.2 硝酸溶液，1%（体积分数）。
- 6.3.3 标准溶液：用硝酸溶液稀释国家认可的铅标准溶液成 0.10 μg/mL 铅标准应用液。

## 6.4 样品的采集、运输和保存

- 6.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 6.4.2 短时间采样：在采样点，用活性炭管以 300 mL/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 6.4.3 长时间采样：在采样点，用活性炭管以 50 mL/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 6.4.4 采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁的容器内运输和保存，样品应尽快测定。
- 6.4.5 样品空白：在采样点，打开活性炭管两端，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。

## 6.5 分析步骤

- 6.5.1 样品处理：将采过样的活性炭迅速放入装有 2.0 mL 硝酸溶液的溶剂解吸瓶中，置超声水浴中解吸 30 min，样品溶液供测定。
- 6.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支 1 mL 容量瓶，分别加入 0.0 mL~1.0 mL 铅标准应用液，用硝酸溶液定容，配成 0.0 μg/mL~0.10 μg/mL 浓度范围的铅浓度标准系列。参照仪器操作条件，将原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件，进样 20.0 μL，在 283.3 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铅浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 $\geq$  0.99。
- 6.5.3 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铅的浓度(μg/mL)。若样品溶液中铅浓度超过测定范围，用硝酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

## 6.6 计算



6.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

6.6.2 按式 (3) 计算空气中四乙基铅 (按 Pb 计) 的浓度:

$$C = \frac{2C_0}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$C$ ——空气中四乙基铅的浓度 (按Pb计), 单位为毫克每立方米 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ );

$2$ ——样品溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$C_0$ ——测得的样品溶液中铅的浓度 (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, 升 (L)。

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

## 6.7 说明

6.7.1 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  $0.004 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量下限为  $0.013 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量测定范围为  $0.013 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 0.10 \mu\text{g}/\text{mL}$ ; 以采集  $4.5 \text{ L}$  空气样品计, 最低检出浓度为  $0.002 \text{ mg}/\text{m}^3$ , 最低定量浓度为  $0.006 \text{ mg}/\text{m}^3$ ; 平均相对标准偏差为  $8.2\%$ , 穿透容量 ( $100 \text{ mg}$  活性炭) 为  $0.063 \text{ mg}$  (对汽油中的四乙基铅), 采样效率为  $97.1\% \sim 100\%$ , 平均回收率为  $96.4\%$ 。

6.7.2 在采样前, 应测定每批活性炭管的空白值和解吸效率。若空白值较高, 影响测定, 这批活性炭管就不能使用。样品溶液中活性炭悬浮颗粒较多时, 可离心后取上清液测定。

6.7.3 若工作场所空气中共存气溶胶态铅化合物, 宜在活性炭管前串联一支装有滤料的采样夹, 以除去。若空气中四乙基铅浓度较高时, 宜串联两支活性炭管采样。