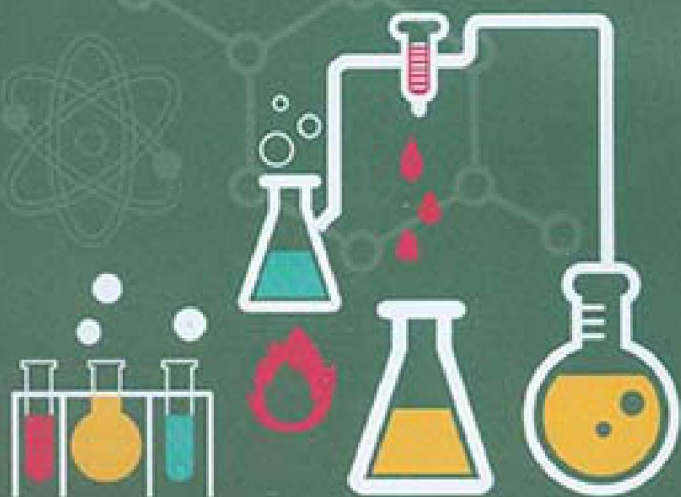


# 职业病危害因素检测 实验基础

ZHIYEBING WEIHAI YINSU JIANCE  
SHIYAN JICHU

主 编 徐中慧 谭钦文  
彭 熙 何友芳



重庆大学出版社  
<http://www.cqup.com.cn>



# 前言

自国务院学位委员会(2011年2月)新修订学科目录将“安全科学与工程”(代码0837)新增为一级学科以来,安全专业学科建设进入了新阶段。目前安全专业本科生课程理论教学建设取得了较大进步,实践教学建设与发展相对滞后。《职业病危害防治与安全管理》是安全专业相当重要的一门专业课,其对应的《职业病危害因素检测实验》教材建设是比较薄弱的。随着我国改革的不断深入与经济的快速发展,用人单位对安全专业本科生在职业病危害防治与管理方面的实践创新能力也提出了新的要求。同时职业病危害因素检测对于职业病危害监管部门的日常管理和现场执法、职业病危害评价、职业病危害事故调查处理等工作都是相当重要的,因此高校有必要加强《职业病危害因素检测实验》的教材建设工作。

本书分为4章,主要依据中华人民共和国卫生和计划生育委员会、人力资源和社会保障部、安全生产监督管理局和质量监督检验检疫总局等颁布的相关标准设计工作场所空气中物理有害因素与化学有害因素检测实验。本书第1章为工作场所空气中粉尘测定实验;第2章为工作场所空气中重金属含量测定实验;第3章为工作场所空气中非金属化合物测定实验;第4章为工作场所物理有害因素测定实验。

本书由西南科技大学徐中慧、谭钦文、彭熙和何友芳主编。重庆三峡学院王海龙、西南科技大学刘建平和李春林参编。在成书和出版过程中得到了西南科技大学学科建设项目和重庆大学出版社的大力支持;西南科技大学研究生肖博、吴丹丹、郑磊、齐一谨和徐亚红参与了大量内容的整理和编排工作;本书部分章节还参考了部分著作和文献,在此一并表示感谢。

由于职业病危害检测领域涉及知识面广,检测技术和检测手段不断进步,加之作者水平有限,书中有不妥或不当之处,恳请各位同仁不吝指正。

编者  
2015年8月

# 目 录

第 1 章 工作场所空气中粉尘测定实验 .....	1
1.1 粉尘的来源及职业危害 .....	1
1.2 工作场所空气中总粉尘浓度测定 .....	2
1.3 工作场所空气中呼吸性粉尘浓度测定 .....	4
1.4 工作场所空气中粉尘分散度测定 .....	6
1.5 工作场所粉尘中游离二氧化硅含量测定 .....	8
第 2 章 工作场所空气中重金属含量测定实验 .....	12
2.1 工作场所空气中重金属的来源及职业病危害 .....	12
2.2 工作场所空气中总铬及六价铬含量测定 .....	16
2.3 工作场所空气中总铅含量测定 .....	19
2.4 工作场所空气中总砷含量测定 .....	21
2.5 工作场所空气中总镉含量测定 .....	24
第 3 章 工作场所空气中非金属化合物测定实验 .....	27
3.1 工作场所空气中有毒有害非金属及其化合物的 来源及危害 .....	27
3.2 工作场所空气中氟化氢含量测定 .....	30
3.3 工作场所空气中硫化氢含量测定 .....	33
3.4 工作场所空气中甲醛含量测定 .....	35
第 4 章 工作场所物理有害因素测定实验 .....	38
4.1 工作场所物理有害因素的来源及危害 .....	38
4.2 工作场所噪声测量 .....	41
4.3 工作场所高温测量 .....	44
4.4 工作场所体力劳动强度测量 .....	47
4.5 工作场所手传振动测量 .....	50
参考文献 .....	54

# 第 1 章

## 工作场所空气中粉尘测定实验

生产性粉尘是指在生产过程中形成的,并能够长时间浮游于作业场所空气中的固体微粒。本章主要依据 GBZ/T 192.1~GBZ/T 192.4—2007 设计工作场所空气中总粉尘浓度、呼吸性粉尘浓度、粉尘分散度和游离二氧化硅含量测定实验。

### 1.1 粉尘的来源及职业危害

#### 1.1.1 粉尘的来源

根据《职业病危害因素分类目录》统计可知,粉尘来源广泛,种类繁多,包括矽尘(游离 $\text{SiO}_2$ 含量 $>10\%$ )、煤尘、石墨粉尘、炭黑粉尘、铝尘、滑石粉尘、水泥粉尘、云母粉尘、陶土粉尘和石棉粉尘等 50 余种。粉尘的分类及主要来源见表 1.1。

表 1.1 粉尘的分类及主要来源

粉尘种类	典型行业	主要产生工段
无机粉尘	矿山	开采、凿岩、爆破、运输和隧道开凿等工段产生无机粉尘
	冶金	金属熔化、矿石粉碎、筛分、选矿和冶炼工段等产生无机粉尘
	机械制造	原料破碎、配料、清砂和焊接等作业工段产生无机粉尘
	建材	耐火材料、玻璃、水泥和陶瓷等工业的原料加工、打磨等工段产生无机粉尘
有机粉尘	纺织和印染	合成纤维、有机染料、棉纤维和羊毛纤维加工工段产生有机粉尘
	精细化工	合成表面活性剂、有机纤维、有机农药、橡胶和塑料等生产过程,在原料配比和反应工段产生有机粉尘
	食品加工	面粉、淀粉和糖等粉碎加工产生有机粉尘
	木材加工	木材原料粉碎工段产生有机粉尘
混合粉尘	化工	无机原料与有机原料制备复合材料过程产生混合粉尘

### 1.1.2 粉尘的职业病危害

粉尘导致的职业病危害程度主要与作业人员接触粉尘的时间、粉尘中游离二氧化硅含量、生产场所粉尘浓度、粉尘分散度和个体防护措施等因素有关。粉尘导致的职业病种类繁多,主要可概括为下述几类。

#### (1) 尘肺病

在生产作业场所,不同类型的粉尘导致尘肺病的种类各不相同。如矽尘导致矽肺、煤尘导致煤工尘肺、石墨尘导致石墨尘肺、炭黑尘导致炭黑尘肺、石棉尘导致石棉肺和滑石尘导致滑石尘肺等十余种尘肺病。

#### (2) 呼吸系统疾病

呼吸性粉尘通过呼吸道吸入肺泡区,在肺泡区沉降、聚集引发呼吸系统疾病。如棉尘、金属及其化合物粉尘等可能导致过敏性肺炎、棉尘病、哮喘和金属及其化合物粉尘沉着病等。

#### (3) 职业性皮肤病

在生产、加工、制作过程中,粒径细小的粉尘通过皮肤毛孔侵入皮肤堵塞汗腺和皮脂腺,经刺激作用引发皮肤病。如沥青粉尘引起光感皮炎;破烂布屑、兽毛、谷粒等粉尘引起皮肤感染导致毛囊炎、脓皮病等。

#### (4) 职业性眼病

生石灰、水泥、漂白粉、棉麻和刺激性化合物生产过程中产生的粉尘可能引起角膜损伤,甚至导致失明。

## 1.2 工作场所空气中总粉尘浓度测定

总粉尘是指可进入整个呼吸道(鼻、咽和喉、胸腔支气管、细支气管和肺泡)的粉尘,简称总尘。国家标准《工作场所有害因素职业接触限值-化学有害因素》(GBZ 2.1—2007)规定了一系列无机和有机粉尘的总粉尘时间加权平均容许浓度。本小节依据《工作场所空气中粉尘测定—第1部分:总粉尘浓度》(GBZ/T 192.1—2007)采用滤膜计重测尘法开展工作场所空气中总粉尘浓度的测定实验。

### 1.2.1 实验目的

- ①掌握粉尘采样器的工作原理及操作步骤。
- ②掌握工作场所空气中总粉尘浓度测定的滤膜计重测尘法。

### 1.2.2 实验内容

- ①采用滤膜计重测尘法测定空气中的总粉尘浓度。
- ②实验数据处理。

### 1.2.3 实验原理

空气中的总粉尘用已知质量的滤膜采集,由滤膜的增量和采气量,计算出空气中总粉尘的浓度。

### 1.2.4 实验仪器

①采样仪器:粉尘采样器;个体采样器;过氯乙烯滤膜(当标准空气中粉尘浓度 $\leq 50 \text{ mg/m}^3$ 时,用直径37 mm或40 mm的滤膜;粉尘浓度 $>50 \text{ mg/m}^3$ 时,用直径75 mm的滤膜)。

②分析仪器:感量0.01 mg分析天平。

③其他实验用仪器:秒表或其他计时器;干燥器,内装变色硅胶;镊子和除静电器等。

### 1.2.5 实验步骤

#### (1) 滤膜准备

①称量前将滤膜置于干燥器内2 h以上。

②用镊子取下滤膜的衬纸,将滤膜通过除静电器,除去滤膜的静电。在分析天平上准确称量并在衬纸上和记录表上记录滤膜的质量和编号。称量后,把滤膜和衬纸放入相应容器中备用或将滤膜直接安装在采样头上。

③滤膜安装时毛面应朝进气方向,滤膜放置应平整,不能有裂隙或褶皱。用直径75 mm的滤膜时,应做成漏斗状装入采样夹。

#### (2) 样品采集

《工作场所有害因素职业接触限值-化学有害因素》(GBZ 2.1—2007)规定总粉尘的职业接触限值仅包括时间加权平均容许浓度。《工作场所空气中有害物质的采样规范》(GBZ 159—2004)建议,职业接触限值为时间加权平均容许浓度的有害物质采样方式选择长时间采样或个体采样。

本小节主要开展短时间采样、长时间采样和个体采样实验。短时间采样的目的主要是检测作业场所空气中总粉尘浓度范围,为长时间采样和个体采样相关参数的选择提供依据。

①短时间采样:在采样点,用装好滤膜的粉尘采样夹,在呼吸带高度以15~40 L/min流量采集15 min空气样品。

②长时间采样:在采样点,用装好滤膜的粉尘采样夹,在呼吸带高度以1~5 L/min流量采集1~8 h空气样品(由采样现场的粉尘浓度和采样器的性能等确定)。

③个体采样:将装好滤膜的小型塑料采样夹,佩戴在采样对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以1~5 L/min流量采集1~8 h空气样品(由采样现场的粉尘浓度和采样器的性能等确定)。

#### (3) 滤膜上总粉尘的增量( $\Delta m$ )要求

无论短时间采样、长时间采样和个体采样,要根据现场空气中粉尘的浓度、采样夹的大小、采样流量和采样时间估算滤膜上总粉尘的增量( $\Delta m$ )。使用直径 $\leq 37 \text{ mm}$ 的滤膜时, $\Delta m$ 不得大于5 mg;直径为40 mm的滤膜时, $\Delta m$ 不得大于10 mg;直径为75 mm的滤膜时, $\Delta m$ 不

限。采样前,要通过调节采样流量和采样时间,防止滤膜上粉尘增量超过上述要求(即过载)。采样过程中,若有过载可能,应及时更换采样夹。

#### (4) 样品保存

采样后,取出滤膜,将滤膜的接尘面朝里对折两次,置于清洁容器内。

#### (5) 样品称量

称量前,将采样后的滤膜置于干燥器内 2 h 以上,除静电后,在分析天平上准确称量。

#### (6) 注意事项

①过氯乙烯滤膜不适用在高温情况下采样,由于此滤膜热熔点很低,高温下就会熔化破损。这时可用超细玻璃纤维滤纸进行代替。

②采样前后,滤膜称量应使用同一台分析天平。

③测尘滤膜通常带有静电,影响称量的准确性,每次称量前应除去静电。

### 1.2.6 实验数据分析

1)工作场所空气中总粉尘浓度按式(1.1)计算。

$$C = \frac{m_2 - m_1}{Q \times t} \times 1000 \quad (1.1)$$

式中  $C$ ——空气中总粉尘的浓度,  $\text{mg}/\text{m}^3$ ;

$m_2$ ——采样后的滤膜质量,  $\text{mg}$ ;

$m_1$ ——采样前的滤膜质量,  $\text{mg}$ ;

$Q$ ——采样流量,  $\text{L}/\text{min}$ ;

$t$ ——采样时间,  $\text{min}$ 。

2)工作场所空气中总粉尘时间加权平均浓度按 GBZ 159 规定计算。

## 1.3 工作场所空气中呼吸性粉尘浓度测定

呼吸性粉尘是按呼吸性粉尘标准测定方法所采集的可进入肺泡的粉尘粒子,其空气动力学直径均在  $7.07 \mu\text{m}$  以下,空气动力学直径  $5 \mu\text{m}$  粉尘粒子的采样效率为 50%,简称“呼尘”。国家标准《工作场所有害因素职业接触限值-化学有害因素》(GBZ 2.1—2007)规定了一系列无机和有机粉尘的呼吸性粉尘时间加权平均容许浓度。本小节依据《工作场所空气中粉尘测定—第 2 部分:呼吸性粉尘》(GBZ/T 192.2—2007)采用滤膜计重测尘法开展工作场所空气中呼吸性粉尘浓度的测定实验。

### 1.3.1 实验目的

①掌握粉尘采样器的工作原理及操作步骤。

②掌握工作场所空气中呼吸性粉尘浓度测定的滤膜计重测尘法。



### 1.3.2 实验内容

- ①采用滤膜计重测尘法测定空气中的呼吸性粉尘浓度。
- ②实验数据处理。

### 1.3.3 实验原理

通过采样器上的预分离器,分离出空气中呼吸性粉尘颗粒。将呼吸性粉尘颗粒采集到已知质量的滤膜上,准确计量滤膜增量和采气量,计算出空气中呼吸性粉尘的浓度。

### 1.3.4 实验仪器

- ①采样仪器:呼吸性粉尘采样器(带预分离器);个体采样器;过氯乙烯滤膜(当标准空气中粉尘浓度 $\leq 50 \text{ mg/m}^3$ 时,用直径37 mm或40 mm的滤膜;粉尘浓度 $> 50 \text{ mg/m}^3$ 时,用直径75 mm的滤膜)。
- ②分析仪器:感量0.01 mg分析天平。
- ③其他实验用仪器:秒表或其他计时器;干燥器,内装变色硅胶;镊子和除静电器等。

### 1.3.5 实验步骤

#### (1) 滤膜的准备

- ①称量前,将滤膜置于干燥器内2 h以上。
- ②用镊子取下滤膜的衬纸,将滤膜通过除静电器,除去滤膜的静电,在分析天平上准确称量并在衬纸上和记录表上记录滤膜的质量和编号。称量后,把滤膜和衬纸放入相应容器中备用或将滤膜直接安装在采样头上。
- ③滤膜安装时毛面应朝进气方向,滤膜放置应平整,不能有裂隙或褶皱。用直径75 mm的滤膜时,做成漏斗状装入采样夹。

#### (2) 样品采集

《工作场所有害因素职业接触限值-化学有害因素》(GBZ 2.1—2007)规定呼吸性粉尘的职业接触限值仅包括时间加权平均容许浓度。《工作场所空气中有害物质的采样规范》(GBZ 159—2004)建议,职业接触限值为时间加权平均容许浓度的有害物质采样方式选择长时间采样或个体采样。

本小节主要开展短时间采样、长时间采样和个体采样实验。短时间采样的目的主要是检测作业场所空气中呼吸性粉尘浓度范围,为长时间采样和个体采样相关参数的选择提供依据。

- ①短时间采样:在采样点,用装好滤膜的呼吸性粉尘采样器,在呼吸带高度以固定流量采集15 min空气样品。
- ②长时间采样:在采样点,用装好滤膜的呼吸性粉尘采样器,在呼吸带高度以固定流量采集1~8 h空气样品(由采样现场的粉尘浓度和采样器的性能等确定)。
- ③个体采样:用装好滤膜的呼吸性粉尘采样器,佩戴在采样对象的前胸上部,进气口尽量接

近呼吸带,以固定流量采集 1~8 h 空气样品(由采样现场的粉尘浓度和采样器的性能等确定)。

### (3) 滤膜上粉尘的增量( $\Delta m$ )要求

无论短时间采样、长时间采样和个体采样,要根据现场空气中粉尘的浓度、采样夹的大小、采样流量和采样时间估算滤膜上呼吸性粉尘的增量( $\Delta m$ )。 $\Delta m$ 不得小于 0.1 mg,不得大于 5 mg。采样前,要通过调节采样时间,防止滤膜上粉尘增量超过上述要求。采样过程中,若有过载可能,应及时更换预分离器。

### (4) 样品保存

采样后,取出滤膜,将滤膜的接尘面朝里对折两次,置于清洁容器内。

### (5) 样品称量

称量前将采样后的滤膜置于干燥器内 2 h 以上,除静电后,在分析天平上称量采样后的滤膜质量。

### (6) 注意事项

①过氯乙烯滤膜不适用在高温情况下采样,高温情况下可用超细玻璃纤维滤纸进行代替。

②采样前后,滤膜称量应使用同一台分析天平。

③测尘滤膜通常带有静电,影响称量的准确性,每次称量前应除去静电。

## 1.3.6 实验数据分析

1)工作场所空气中呼吸型粉尘浓度按式(1.2)计算。

$$C = \frac{m_2 - m_1}{Q \times t} \times 1000 \quad (1.2)$$

式中  $C$ ——空气中呼吸性粉尘的浓度,mg/m<sup>3</sup>;

$m_2$ ——采样后的滤膜质量,mg;

$m_1$ ——采样前的滤膜质量,mg;

$Q$ ——采样流量,L/min;

$t$ ——采样时间,min。

2)工作场所空气中呼吸性粉尘时间加权平均浓度按 GBZ 159 规定计算。

## 1.4 工作场所空气中粉尘分散度测定

粉尘分散度指粉尘中不同粒径颗粒的数量或质量占总数量或质量的百分比。粒径小的粉尘粒子比例越大,粉尘分散度越高;反之,分散度越低。本小节依据《工作场所空气中粉尘测定—第 3 部分:粉尘分散度》(GBZ/T 192.3—2007)采用滤膜溶解涂片法开展工作场所空气中粉尘分散度的测定实验。

### 1.4.1 实验目的

- ①掌握显微镜的操作步骤。
- ②掌握工作场所空气中粉尘分散度测定的滤膜溶解涂片法。

### 1.4.2 实验内容

- ①采集样品预处理。
- ②显微镜目镜测微尺标定。
- ③采用显微镜下测量和计数粉尘的粒径及数量。
- ④实验数据处理。

### 1.4.3 实验原理

将采集有粉尘的过氧乙烯滤膜溶于有机溶剂中,形成粉尘颗粒的混悬液,制成标本。在显微镜下测量和计数粉尘的粒径及数量,计算不同粒径粉尘颗粒的百分比。

### 1.4.4 实验仪器

- ①分析仪器:显微镜;75 mm×25 mm×1 mm 的载物玻片;目镜测微尺;物镜测微尺(其总长为1 mm,分为100等分刻度,每一分度值为0.01 mm)。
- ②其他实验用仪器:25 mL 的瓷坩埚或烧杯。

### 1.4.5 实验步骤

#### (1) 样品预处理

将采集有粉尘的过氧乙烯滤膜放入瓷坩埚或烧杯中,用滴管加入1~2 mL 乙酸丁酯(化学纯),用玻璃棒充分搅拌,制成均匀的粉尘混悬液;立即用滴管吸取1滴,滴于载物玻片上;用另一载物玻片成45°推片,待自然挥发,制成粉尘(透明)标本,贴上标签,注明样品标识。

#### (2) 目镜测微尺标定

将待标定目镜测微尺放入目镜筒内,物镜测微尺置于载物台上,在低倍镜下,找到物镜测微尺的刻度线,将其刻度移到视野中央,然后换成400~600放大倍率,调至刻度线清晰,移动载物台,使物镜测微尺的任一刻度与目镜测微尺的任一刻度重合。然后找出两种测微尺另外一条重合的刻度线,分别数出两种测微尺重合部分的刻度数,按式(1.3)计算目镜测微尺刻度的间距( $\mu\text{m}$ )。

$$D = \frac{a}{b} \times 10 \quad (1.3)$$

式中  $D$ ——目镜测微尺刻度的间距,  $\mu\text{m}$ ;  
 $a$ ——物镜测微尺刻度数,个;  
 $b$ ——目镜测微尺刻度数,个;  
 10——物镜测微尺每刻度间距,  $\mu\text{m}$ 。

### (3) 粉尘分散度测量

取下物镜测微尺,将粉尘标本放在载物台上,先用低倍镜找到粉尘颗粒,然后在标定目镜测微尺所用的放大倍率下观察。用目镜测微尺随机地依次测定每个粉尘颗粒的粒径,遇长径量长径,遇短径量短径,如图 1.1 所示。至少测量 200 个尘粒。

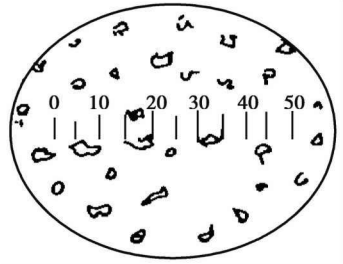


图 1.1 粉尘分散度的测量

### (4) 注意事项

①镜检时,如发现涂片上粉尘密集而影响测量时,可向粉尘悬液中再加乙酸丁酯稀释,重新制备标本。

②制好的标本应放在玻璃培养皿中,避免外来粉尘的污染。

③本法不能测定可溶于乙酸丁酯的粉尘(可用自然沉降法)和纤维状粉尘。

### 1.4.6 实验数据分析

按照粉尘分散度测量记录表,分组记录并算出百分数,见表 1.2。

表 1.2 粉尘分散度测量记录表

粒径 $d/\mu\text{m}$	$d < 2$	$2 \leq d < 5$	$5 \leq d < 10$	$\geq 10$	总计
尘粒数/个					
百分数/%					

## 1.5 工作场所粉尘中游离二氧化硅含量测定

游离二氧化硅( $\text{SiO}_2$ )粉尘指结晶型的二氧化硅,即石英。本小节依据《工作场所空气中粉尘测定—第 4 部分:游离二氧化硅含量》(GBZ/T 192.4—2007)采用焦磷酸质量法开展工作场所粉尘中游离  $\text{SiO}_2$  含量的测定实验。

### 1.5.1 实验目的

掌握工作场所粉尘中游离  $\text{SiO}_2$  含量测定的焦磷酸质量法。

### 1.5.2 实验内容

- ①样品采集。
- ②样品预处理。
- ③游离  $\text{SiO}_2$  含量测定。
- ④实验数据处理。

### 1.5.3 实验原理

粉尘中的硅酸盐及金属氧化物能溶于加热到 245~250 °C 的焦磷酸中,游离二氧化硅几乎不溶,而实现分离。然后称量分离出的游离二氧化硅,计算其在粉尘中的百分含量。

### 1.5.4 实验仪器

①采样仪器:粉尘采样器;呼吸性粉尘采样器;个体采样器;过氯乙烯滤膜(当标准空气中粉尘浓度 $\leq 50 \text{ mg/m}^3$ 时,用直径 37 mm 或 40 mm 的滤膜;粉尘浓度 $> 50 \text{ mg/m}^3$ 时,用直径 75 mm 的滤膜)。

②分析仪器:感量为 0.1 mg 分析天平。

③其他实验用仪器:恒温干燥箱,干燥器,内盛变色硅胶,50 mL 锥形瓶,可调电炉,高温电炉,25 mL 带盖瓷坩埚或铂坩埚,坩埚钳或铂尖坩埚钳,玛瑙研钵,慢速定量滤纸,玻璃漏斗及其架子,0~360 °C 温度计。

### 1.5.5 实验步骤

#### (1) 试剂准备

实验用水为去离子水,以下实验用试剂均为分析纯。

①焦磷酸,将 85% (w/w) 的磷酸加热到沸腾,至 250 °C 不冒泡为止,放冷,储存于试剂瓶中。

②氢氟酸,40%。

③硝酸铵。

④盐酸溶液,0.1 mol/L。

#### (2) 样品采集

现场采样按照 GBZ 159 执行。本法需要的粉尘样品量一般应大于 0.1 g,可用直径 75 mm 滤膜大流量采集空气中的粉尘,也可在采样点采集呼吸带高度的新鲜沉降尘,并记录采样方法和样品来源。

#### (3) 样品预处理

将采集的粉尘样品放在(105±3)°C 的烘箱内干燥 2 h,稍冷,贮于干燥器备用。如果粉尘粒子较大,需用玛瑙研钵研磨至手捻有滑感为止。

#### (4) 游离 SiO<sub>2</sub> 含量测定

①准确称取 0.100 0~0.200 0 g 粉尘样品置于 25 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 焦磷酸及数毫克硝酸铵,搅拌,使样品全部湿润。将锥形瓶放在可调电炉上,迅速加热到 245~250 °C,同时用带有温度计的玻璃棒不断搅拌,保持 15 min。

②若粉尘样品含有煤、其他碳素及有机物,应放在瓷坩埚中,在 800~900 °C 下灰化 30 min 以上,使碳及有机物完全灰化。取出冷却后,将残渣用焦磷酸洗入锥形瓶中。若含有硫化矿物(如黄铁矿、黄铜矿、辉铜矿等),应加数毫克硝酸铵于锥形瓶中,再按照步骤①加焦磷酸及数毫克硝酸铵加热处理。

③取下锥形瓶,在室温下冷却至 40~50 ℃,加 50~80 ℃ 的蒸馏水至 40~45 mL,一边加蒸馏水一边搅拌均匀。将锥形瓶中内容物小心转移入烧杯,并用热蒸馏水冲洗温度计、玻璃棒和锥形瓶,洗液倒入烧杯中,加蒸馏水至 150~200 mL。取慢速定量滤纸折叠成漏斗状,放于漏斗中并用蒸馏水湿润。将烧杯放在电炉上煮沸内容物,稍静置,待混悬物略沉降,趁热过滤,滤液不超过滤纸的 2/3 处。过滤后,用 0.1 mol/L 盐酸溶液洗涤烧杯,溶液移入漏斗中,并将滤纸上的沉渣冲洗 3~5 次,再用热蒸馏水洗至中性。上述过程应在当天完成。

④将有沉渣的滤纸折叠数次,放入已称至恒量( $m_1$ )的瓷坩埚中,在电炉上干燥、炭化,炭化时要加盖并留一小缝。然后放入高温电炉内,在 800~900 ℃ 灰化 30 min;取出,室温下稍冷后,放入干燥器中冷却 1 h,在分析天平上称至恒量( $m_2$ ),并记录。

⑤若粉尘中含有焦磷酸难溶的物质时,如碳化硅、绿柱石、电气石、黄玉等,需用氢氟酸在铂坩埚中处理,处理方法如下:

将带有沉渣的滤纸放入铂坩埚内,如检测步骤④灼烧至恒量( $m_2$ ),然后加入数滴 9 mol/L 硫酸溶液,使沉渣全部湿润。在通风柜内加入 5~10 mL 40% 氢氟酸,稍加热,使沉渣中游离二氧化硅溶解,继续加热至不冒白烟为止(要防止沸腾)。再于 900 ℃ 下灼烧,称至恒量( $m_3$ )。

### (5) 注意事项

①焦磷酸溶解硅酸盐时温度不得超过 250 ℃,否则容易形成胶状物。

②酸与水混合时应缓慢并充分搅拌,避免形成胶状物。

③样品中含有碳酸盐时,遇酸产生气泡,宜缓慢加热,以免样品溅失。

④用氢氟酸处理时,必须在通风柜内操作,注意防止污染皮肤和吸入氢氟酸蒸气。

⑤用铂坩埚处理样品时,过滤沉渣必须洗至无磷酸根反应,否则会损坏铂坩埚,磷酸根检验方法如下。

原理:磷酸和钼酸铵在 pH=4.1 时,用抗坏血酸还原成蓝色。

试剂:乙酸盐缓冲液(pH=4.1,0.025 mol/L 乙酸钠溶液与 0.1 mol/L 乙酸溶液等体积混合)、1%抗坏血酸溶液(于 4 ℃ 保存)、钼酸铵溶液(取 2.5 g 钼酸铵溶于 100 mL 浓度为 0.025 mol/L 硫酸溶液中)。

检验方法:用乙酸盐缓冲液分别将 1% 抗坏血酸溶液和钼酸铵溶液稀释 10 倍(临用时配制)。取 1 mL 样品处理的过滤液,加上述稀释试剂各 4.5 mL,混匀,放置 20 min,若有磷酸根离子,溶液呈蓝色。

## 1.5.6 实验数据分析

1) 工作场所粉尘中游离二氧化硅的含量按式(1.4)计算。

$$\text{SiO}_2(\text{F}) = \frac{m_2 - m_1}{G} \times 100 \quad (1.4)$$

式中  $\text{SiO}_2(\text{F})$ ——粉尘中游离二氧化硅含量,%;

$m_1$ ——坩埚质量数值,g;

$m_2$ ——坩埚加游离二氧化硅质量数值,g;

$G$ ——粉尘样品质量数值,单位为克,g。

2) 氢氟酸处理后粉尘中游离二氧化硅含量按式(1.5)计算。

$$\text{SiO}_2(\text{F}) = \frac{m_2 - m_3}{G} \times 100 \quad (1.5)$$

式中  $\text{SiO}_2(\text{F})$ ——粉尘中游离二氧化硅含量, %;

$m_2$ ——氢氟酸处理前坩埚加游离二氧化硅和焦磷酸难溶物质的质量数值, g;

$m_3$ ——氢氟酸处理后坩埚加焦磷酸难溶物质的质量数值, g;

$G$ ——粉尘样品质量数值, g。

# 第 2 章

## 工作场所空气中重金属含量测定实验

《职业病危害因素分类目录》指出工作场所重金属毒物主要有铬及其化合物、铅及其化合物、砷及其化合物、镉及其化合物等。本章主要依据 GBZ/T 160.5, GBZ/T 160.7, GBZ/T 160.10, GBZ/T 160.31 设计工作场所空气中铬及其化合物、铅及其化合物、砷及其化合物、镉及其化合物的测定实验。

### 2.1 工作场所空气中重金属的来源及职业病危害

#### 2.1.1 铬及其化合物

##### (1) 铬及其化合物的职业接触机会

工业接触的铬多为六价铬,其次是三价铬。铬的职业接触机会主要有以下 5 个方面。

① 铬矿开采:铬矿开采过程中,穿孔、爆破、铲装、破碎、球磨和烘干等工序,如图 2.1 所示,均有大量含铬粉尘的产生。

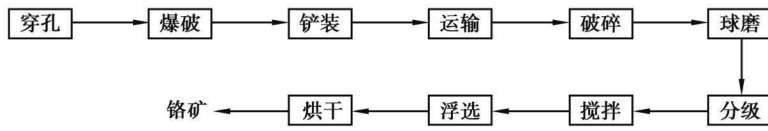


图 2.1 铬矿开采工艺流程

② 铬矿冶炼:铬矿冶炼主要包括铬铁合金冶炼和铬盐生产。近年来,铬盐无钙焙烧生产工艺已逐渐替代有钙焙烧生产工艺,图 2.2 所示为铬盐无钙焙烧生产工艺流程图。铬盐生产过程中铬铁矿及返渣磨粉、混合、焙烧产生的烟气处理等工序,铬铁矿堆场、铬渣堆场以及混料仓均有大量含铬粉尘的产生;窑内检修及烟气管道检修等作业均有可能导致含铬扬尘的产生。

③ 镀铬:镀铬在电镀工业中占有重要地位,是世界上三大镀种之一。传统的六价铬镀铬工艺是以铬酸盐为主体的六价铬镀铬技术。镀铬过程中产生的大量氧气和氢气携带铬酸从电解槽逸出,在电解槽周围形成铬酸雾液体微滴,直接危害电镀工人的身体健康。

④ 铬盐的使用:使用铬酸盐的颜料、染料、油漆、鞣皮、橡胶、陶瓷等工业。



⑤其他:照相、印刷制版常用铬盐作感光剂,不锈钢弧焊也会接触铬。

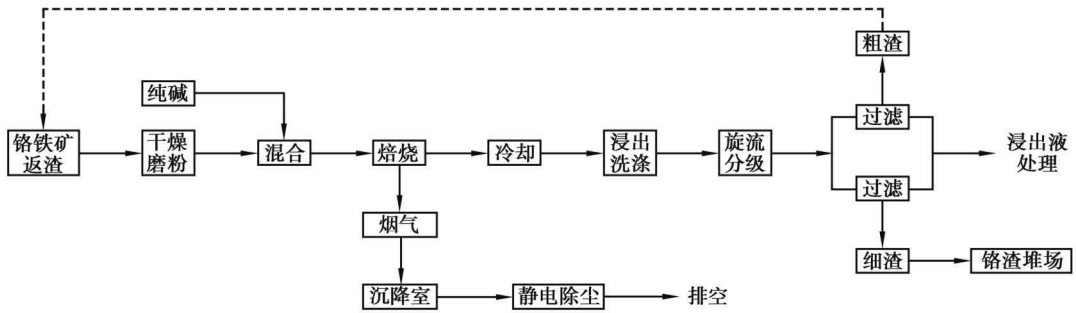


图 2.2 铬盐无钙焙烧生产工艺

## (2) 铬及其化合物的职业危害

工作场所空气中的铬主要以含铬粉尘或铬酸雾形式存在,可经呼吸道、消化道和皮肤吸收进入人体。一次性吸入较高浓度的铬酸盐粉尘或铬酸雾,或长期接触铬盐粉尘或铬酸雾可导致多种职业病,包括中毒、铬疮、铬鼻病、过敏性哮喘、金属烟热、肺癌等。由铬及其化合物导致的主要职业病及其症状见表 2.1。

表 2.1 铬及其化合物导致的主要职业病及其症状

职业病	主要症状
铬中毒	呼吸道刺激症状,如流涕、咳嗽、胸闷、胸痛、气急,有时出现哮喘和紫绀,重者可发生化学性肺炎
铬疮	皮肤溃疡,呈圆形,直径 2~5 mm,边缘起呈暗红中央凹面,表面不平
铬鼻病	流涕、鼻塞、鼻出血、灼痛充血等,可见鼻中隔穿孔
金属烟热	初期口中有金属味或甜味、头晕、全身乏力、食欲不振、咽干等,后期发冷、寒战
肺癌	早期多无症状

## 2.1.2 铅及其化合物

### (1) 铅及其化合物的职业接触机会

①铅矿开采和冶炼:工业开采的铅矿主要为方铅矿(硫化铅)、碳酸铅矿(白铅矿)及硫酸铅矿,铅矿开采过程产生粉尘的工艺环节与铬矿开采类似。近年来,铅矿冶炼技术主要为我国自主开发的氧气底吹-鼓风机还原炼铅工艺,其工艺流程如图 2.3 所示。铅矿冶炼的备料、烧结、还原和精炼工段,冶炼设备的维修以及冶炼废渣的收集处理均可接触含铅粉尘。

②熔铅作业:铅加热至 400℃ 以上即有大量铅蒸气逸出。铅丝、铅皮、铅管、电缆、焊锡等的生产以及废铅回收过程中均涉及熔铅作业,其作业人员均可接触铅烟、铅尘或铅蒸气;此外,锡焊(锡铅合金焊料)作业人员也长期接触铅烟。

③铅化合物使用:铅的氧化物广泛用于蓄电池、搪瓷、油漆、颜料、玻璃等。铅的其他化合物如醋酸铅用于制药和化工,铬酸铅用于油漆、颜料、搪瓷等,砷酸铅用作杀虫剂和除草剂等。