

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.31—2004

工作场所空气有毒物质测定 砷及其化合物

Methods for determination of arsenic and its compounds
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》(GBZ 1)和《工作场所有害因素职业接触限值》(GBZ 2),特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法,用于监测工作场所空气中砷及其化合物[包括三氧化二砷(Arsenic trioxide)、五氧化二砷(Arsenic pentoxide)、砷化氢(Arsine)等]的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时代替WS/T 129—1999、GB/T 16034—1995。

本标准首次发布于1995年,本次是第一次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、武汉市劳动卫生职业病防治研究所、广东省职业病防治院。

本标准主要起草人:闫慧芳、张敬、禹金彪和叶能权等。

工作场所空气有毒物质测定

砷及其化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中砷及其化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中砷及其化合物浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款,通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 原子荧光光谱法

3.1 原理

空气中砷及其化合物(除砷化氢外)用浸渍微孔滤膜采集,消解后,砷被硼氢化钠还原成砷化氢,在原子化器中,生成的砷基态原子吸收 193.7nm 波长,发射出原子荧光,测定原子荧光强度,进行定量。

3.2 仪器

- 3.2.1 浸渍微孔滤膜:在使用前 1 天,将孔径为 0.8 μ m 的微孔滤膜浸泡在浸渍液中 30min,取出在清洁空气中晾干,备用。
- 3.2.2 采样夹,滤料直径为 40mm。
- 3.2.3 小型塑料采样夹,滤料直径为 25mm。
- 3.2.4 空气采样器,流量 0~5L/min。
- 3.2.5 微波消解器。
- 3.2.6 具塞刻度试管,25ml。
- 3.2.7 原子荧光光度计,具砷元素空心阴极灯和氢化物发生装置。

仪器操作参考条件

原子化器高度:8mm;

原子化器温度:1 050 $^{\circ}$ C;

载气(Ar)流量:400ml/min;

屏蔽气流量:1 000ml/min。

3.3 试剂

实验用水为去离子水,用酸为优级纯,其他试剂为分析纯。

- 3.3.1 硝酸, $\rho_{20}=1.42$ g/ml。
- 3.3.2 盐酸, $\rho_{20}=1.18$ g/ml。
- 3.3.3 浸渍液:称取 10g 聚乙烯氧化吡啶(P₂₀₄),溶于水中,加入 10ml 丙三醇,再加水至 100ml。或溶解 9.5g 碳酸钠于 100ml 水中,加入 5ml 丙三醇,摇匀。
- 3.3.4 过氧化氢(优级纯)。
- 3.3.5 盐酸溶液,10%(v/v)。

3.3.6 预还原剂溶液:称取 12.5g 硫脲,加热溶于约 80ml 水中;冷却后,加入 12.5g 抗坏血酸,溶解后,加水到 100ml;贮存于棕色瓶中,可保存一个月。

3.3.7 硼氢化钠或硼氢化钾溶液:称取 7g 硼氢化钠或 10g 硼氢化钾和 2.5g 氢氧化钠,溶于水中并稀释至 500ml。

3.3.8 标准溶液:称取 0.1320g 三氧化二砷(优级纯,在 105℃ 下干燥 2h),用 10ml 氢氧化钠溶液(40g/L)溶解,用水定量转移入 1 000ml 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液为 0.10mg/ml 标准贮备液,置于冰箱内保存。临用前,用水稀释成 1.0μg/ml 砷标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

3.4.1 短时间采样:在采样点,将装好浸渍微孔滤膜的采样夹,以 3L/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.2 长时间采样:在采样点,将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

3.4.3 个体采样:将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

3.4.4 样品空白:将装有浸渍微孔滤膜的采样夹带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤膜的接尘面朝里对折 2 次,放入清洁塑料袋或纸袋内,置于清洁的容器内运输和保存。样品在低温下至少可保存 15d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采过样的滤膜放入微波消解器的消化罐中,加入 3ml 硝酸和 2ml 过氧化氢后,置于微波消解器内消解。消解完成后,在水浴中挥发硝酸至近干。用盐酸溶液定量转移入具塞刻度试管中,定容至 25ml。取出 10ml 于另一具塞刻度试管中,加入 2.0ml 预还原剂溶液,混匀,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用盐酸溶液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 工作曲线的绘制:在 5 只消化罐中,各放入一张浸渍微孔滤膜,分别加入 0.00、0.10、0.20、0.40、0.50ml 砷标准溶液,配成 0.00、0.10、0.20、0.40、0.50μg 砷标准系列。各加入 3ml 硝酸和 2ml 过氧化氢,按样品处理操作,制成 25ml 溶液。吸取 10.0ml 于具塞刻度试管中,加入 2.0ml 预还原剂溶液,摇匀。参照仪器操作条件,将原子荧光光度计调节至最佳测定条件,分别测定标准系列,每个浓度重复测定 3 次,以荧光强度均值对相应的砷含量(μg)绘制标准曲线。

3.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液。测得的荧光强度后,由标准曲线得砷含量(μg)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——标准采样体积,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样点的气温,℃;

P ——采样点的大气压,kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中砷的浓度:

$$C = \frac{2.5m}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——空气中砷的浓度,乘以系数 1.32 或 1.53,分别为三氧化二砷或五氧化二砷的浓度,mg/m³;

m ——测得样品溶液中砷的含量(减去样品空白), μg ;

V_0 ——标准采样体积,L。

3.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限为 0.22ng/ml ;最低检出浓度为 $1.2 \times 10^{-5}\text{mg/m}^3$ (以采集 45L 空气样品计);测定范围为 $0.0002 \sim 0.020\mu\text{g/ml}$;相对标准偏差为 $1.7\% \sim 2.6\%$ 。

3.7.2 本法平均采样效率 $>95\%$ 。使用浸渍滤膜,可以采集空气中三氧化二砷或五氧化二砷的蒸气和粉尘,若不用浸渍微孔滤膜,则只能采集气溶胶态的砷化物。

3.7.3 样品挥发硝酸时,温度不能过高,不能将溶液挥发干。若没有微波消解器,样品消化可以采用二法的样品处理操作。

4 氢化物—原子吸收光谱法

4.1 原理

空气中砷及其化合物(除砷化氢外)用浸渍微孔滤膜采集,消解后,砷被硼氢化钠还原成的砷化氢,被载气带入石英原子化器内,在 193.7nm 波长下,测定砷的原子吸收强度,进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 浸渍微孔滤膜:在使用前 1d,将孔径为 $0.8\mu\text{m}$ 的微孔滤膜浸泡在浸渍液中 30min,取出在清洁空气中晾干,备用。

4.2.2 采样夹,滤料直径为 40mm。

4.2.3 小型塑料采样夹,滤料直径为 25mm。

4.2.4 空气采样器,流量 $0 \sim 3\text{L/min}$ 和 $0 \sim 10\text{L/min}$ 。

4.2.5 烧杯,50ml。

4.2.6 表面皿。

4.2.7 电热板或电砂浴。

4.2.8 具塞刻度试管,25ml。

4.2.9 原子吸收分光光度计,带氢化物发生装置、石英原子化器和砷空心阴极灯。

4.3 试剂

实验用水为去离子水,用酸为优级纯,其他试剂为分析纯。

4.3.1 硝酸, $\rho_{20} = 1.42\text{g/ml}$ 。

4.3.2 高氯酸, $\rho_{20} = 1.67\text{g/ml}$ 。

4.3.3 盐酸, $\rho_{20} = 1.18\text{g/ml}$ 。

4.3.4 浸渍液:称取 10g 聚乙烯氧化吡啶(P_{204}),溶于水中,加入 10ml 丙三醇,再加水至 100ml。或溶解 9.5g 碳酸钠于 100ml 水中,加入 5ml 丙三醇,摇匀。

4.3.5 消化液:100ml 高氯酸加入到 900ml 硝酸中。

4.3.6 盐酸溶液,5%(v/v)。

4.3.7 预还原剂溶液:称取 40g 碘化钾和 3g 抗坏血酸,溶于盐酸溶液并稀释至 100ml。

4.3.8 硼氢化钠溶液:称取 6g 硼氢化钠和 5g 氢氧化钠,溶于水中并稀释至 1L。

4.3.9 标准溶液:称取 0.1320g 三氧化二砷(优级纯,在 105°C 下干燥 2h),用 10ml 氢氧化钠溶液(40g/L)溶解,用水定量转移入 1000ml 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液为 0.10mg/ml 标准贮备液,置于冰箱内保存。临用前,用水稀释成 $1.0\mu\text{g/ml}$ 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

现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.1 短时间采样:在采样点,将装好浸渍微孔滤膜的采样夹,以 3L/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 长时间采样:在采样点,将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

4.4.3 个体采样:将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

4.4.4 样品空白:将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤膜的接尘面朝里对折 2 次,放入清洁塑料袋或纸袋内,置于清洁的容器内运输和保存。样品在低温下至少可保存 15d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的滤膜放入烧杯中,加入 2ml 消化液,盖好表面皿;在电热板上加热消解,温度保持在 190℃ 左右。溶液近干时,取下放至室温,用盐酸溶液溶解残液,并定量转移入具塞刻度试管中,稀释至 25ml,摇匀。取 5.0ml 此溶液于另一具塞刻度试管中,加 5ml 预还原剂溶液,和 15ml 盐酸溶液,摇匀。供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用盐酸溶液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 工作曲线的绘制:在 5 只烧杯中,各放入一张浸渍微孔滤膜,分别加入 0.00、0.10、0.20、0.40、0.50ml 砷标准溶液,配成 0.00、0.10、0.20、0.40、0.50 μg 砷标准系列。各加入 2ml 消化液,按样品处理操作。将原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件,连接好氢化物发生器和石英原子化器。按仪器说明书操作,在 193.7nm 波长下,分别测定标准系列,每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对相应的砷含量(μg)绘制标准曲线。

4.5.3 样品测定:取 5.0ml 处理好的样品溶液于氢化物发生器的反应瓶中,用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液。测得的吸光度值后,由标准曲线得砷含量(μg)。

4.6 计算

4.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(3)计算空气中砷的浓度:

$$C = \frac{5m}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C——空气中砷的浓度,乘以系数 1.32 或 1.53,分别为三氧化二砷或五氧化二砷的浓度,mg/m³;

m——测得样品溶液中砷的含量(减去样品空白), μg ;

V₀——标准采样体积,L。

4.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法的检出限为 0.22ng/ml;最低检出浓度为 1.2 $\times 10^{-4}$ mg/m³(以采集 45L 空气样品计);测定范围为 0.0002~0.020 $\mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差为 1.7%~2.6%。

4.7.2 本法平均采样效率>95%。使用浸渍滤膜,可以采集空气中砷及其化合物(除砷化氢外)的蒸气和气溶胶,若不用浸渍微孔滤膜,则只能采集气溶胶态砷及其化合物。

4.7.3 样品消解温度不能过高,不能将溶液蒸干。样品处理可以采用微波消解。

4.7.4 10 000 倍的铁、锰、铅、镉,1 000 倍的铜、镍、钨、钴,100 倍的锡、铬,0.01 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 硒,对 0.01 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 砷测定不干扰。

5 二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

5.1 原理

空气中的砷及其化合物(除硫化砷和砷化氢外)用浸渍微孔滤膜采集,酸洗脱后,在酸性溶液中,被

还原生成的砷化氢与二乙氨基二硫代甲酸银反应生成棕红色胶体银,在 520nm 波长下测量吸光度,进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 浸渍微孔滤膜,在使用前一天,将孔径为 $0.8\mu\text{m}$ 的微孔滤膜浸泡在浸渍液中 30min,取出在清洁空气中晾干,备用。

5.2.2 采样夹,滤料直径为 40mm。

5.2.3 小型塑料采样夹,滤料直径为 25mm。

5.2.4 空气采样器,流量 $0\sim 3\text{L}/\text{min}$ 和 $0\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。

5.2.5 具塞刻度试管,25ml。

5.2.6 水浴。

5.2.7 砷化氢发生器:由反应瓶、玻璃导管和吸收管(刻度试管)组成。见图 1。

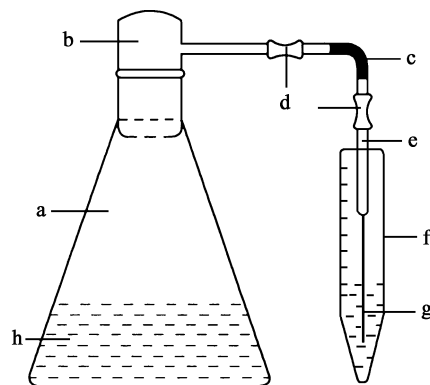


图 1 砷化氢发生器

- a. 砷化氢反应瓶(100ml 磨口锥形瓶) b. 玻璃导管 c. 乙酸铅脱脂棉
d. 乳胶管 e. 导气毛细管(内径 $0.3\sim 0.4\text{mm}$,长度 $11\sim 12\text{cm}$)
f. 吸收管 g. 吸收液 h. 反应液

5.2.8 分光光度计。

5.3 试剂

实验用水为去离子水,用酸为优级纯,其他试剂为分析纯。

5.3.1 盐酸, $\rho_{20} = 1.18\text{g}/\text{ml}$ 。

5.3.2 浸渍液:称取 10g 聚乙烯氧化吡啶(P_{204}),溶于水中,加入 10ml 丙三醇,再加水至 100ml。或溶解 9.5g 碳酸钠于 100ml 水中,加入 5ml 丙三醇,摇匀。

5.3.3 盐酸溶液,50%(v/v)。

5.3.4 硫酸溶液,15%(v/v)。

5.3.5 碘化钾溶液,150g/L。

5.3.6 氯化亚锡溶液:称取 40g 氯化亚锡,溶于 50ml 盐酸中,加水至 100ml。

5.3.7 乙酸铅棉花:将脱脂棉浸泡在乙酸铅溶液(100g/L)中,2h 后,取出晾干,备用。

5.3.8 无砷锌粒,1g 约 12~15 粒。

5.3.9 二乙氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺氯仿溶液:称取 0.25g 二乙氨基二硫代甲酸银,用少量氯仿溶解,加入 1.0ml 三乙醇胺,用氯仿稀释至 100ml,放置过夜,过滤于棕色瓶中,置于冰箱内保存可使用 15d。

5.3.10 标准溶液:称取 0.1320g 三氧化二砷(优级纯,在 105°C 干燥 2h),用 10ml 氢氧化钠溶液(40g/L)溶解,用硫酸溶液中和;用水定量转移入 1000ml 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液为 $0.1\text{mg}/\text{ml}$

标准贮备液,置于冰箱内保存。临用前,用水稀释成 10.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 砷标准溶液。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

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 5.4.1 短时间采样:在采样点,将装好浸渍微孔滤膜的采样夹,以 3L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 5.4.2 长时间采样:在采样点,将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。
- 5.4.3 个体采样:将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。
- 5.4.4 样品空白:将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤膜的接尘面朝里对折 2 次,放入具塞刻度试管内运输保存。样品在低温下至少可保存 15d。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理:向装有采过样的滤膜的具塞刻度试管中,加入 10ml 盐酸溶液,在 60 $^{\circ}\text{C}$ 左右加热 2.5h,放至室温;补加盐酸溶液至 10.0ml,摇匀。取 5.0ml 此溶液,放入砷化氢发生器的反应瓶中,加 5ml 盐酸溶液和 25ml 水,供测定。若洗脱液中待测物的浓度超过测定范围,可用盐酸溶液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

5.5.2 标准曲线的绘制:在 7 只砷化氢发生器的反应瓶中,分别加入 0.00、0.10、0.30、0.50、1.00、1.50、2.00ml 砷标准溶液,各加水至 25ml,各加 10ml 盐酸溶液,配成 0.0、1.0、3.0、5.0、10.0、15.0、20.0 μg 砷标准系列。向各标准瓶中加入 2ml 碘化钾溶液和 0.5ml 氯化亚锡溶液,摇匀;放置 15min;加入 5g 无砷锌粒;立即与装有一段乙酸铅棉花的玻璃导管连接,并将导管的出气口插入装有 5.0ml 二氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺氯仿溶液的吸收管的底部;反应 60min 后,取出导管,向吸收管补加氯仿至 5.0ml,摇匀;于 520nm 波长下测量吸光度,每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对相应的砷含量(μg)绘制标准曲线。

5.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液,测得的吸光度值后,由标准曲线得砷含量(μg)。

5.6 计算

5.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式(4)计算空气中砷的浓度:

$$C = \frac{2m}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

C——空气中砷的浓度,乘以系数 1.32 或 1.53,分别为三氧化二砷或五氧化二砷的浓度,mg/m³;

m——测得洗脱液中砷的含量(减去样品空白), μg ;

V₀——标准采样体积,L。

5.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法的检出限为 0.08 $\mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度为 0.004mg/m³(以采集 45L 空气样品计);测定范围为 0.08~4 $\mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差为 1.2%~8.0%。

5.7.2 本法平均采样效率>95%。

5.7.3 使用浸渍滤膜,可以采集空气中砷及其化合物(除硫化砷和砷化氢外)的蒸气和气溶胶态,若不用浸渍微孔滤膜,则只能采集气溶胶态的砷及其化合物。

5.7.4 反应酸度、还原剂用量、反应时间对测定有影响。

5.7.5 在本法条件下,100 μ g 汞、锰、镍、钴、铅、铁,50 μ g 镉、铈,30 μ g 铋,20 μ g 铬,10 μ g 硒,不干扰测定。

6 砷化氢的二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

6.1 原理

空气中的砷化氢用次溴酸钠溶液采集,并氧化成砷酸;在酸性溶液中,砷酸被还原生成砷化氢,与二乙氨基二硫代甲酸银反应生成橙红色胶体银;在 520nm 波长下测量吸光度,进行定量。

6.2 仪器

6.2.1 多孔玻板吸收管。

6.2.2 空气采样器,流量 0~1L/min。

6.2.3 砷化氢发生器,由反应瓶、玻璃导管和吸收管(试剂试管)组成,见图 1。

6.2.4 分光光度计。

6.3 试剂

实验用水为去离子水,试剂为分析纯。

6.3.1 盐酸, $\rho_{20} = 1.18\text{g/ml}$ 。

6.3.2 饱和溴水。

6.3.3 氢氧化钠溶液,20g/L。

6.3.4 吸收液:取 30ml 饱和溴水,加 30ml 水和 20ml 氢氧化钠溶液,摇匀,置于冰箱内 4℃ 保存。

6.3.5 盐酸羟胺溶液,150g/L。

6.3.6 盐酸溶液,50%(v/v)。

6.3.7 硫酸溶液,1.5%(v/v)。

6.3.8 碘化钾溶液,150g/L。

6.3.9 氯化亚锡盐酸溶液,4g/L:称取 40g 氯化亚锡,溶于 50ml 盐酸中,加水至 100ml。

6.3.10 乙酸铅棉花:将脱脂棉浸泡在乙酸铅溶液(100g/L)中,2h 后,取出晾干,备用。

6.3.11 无砷锌粒,1g 约 12~15 粒。

6.3.12 二乙氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺氯仿溶液:称取 0.25g 二乙氨基二硫代甲酸银,用少量氯仿溶解,加入 1.0ml 三乙醇胺,用氯仿稀释至 100ml,放置过夜,过滤于棕色瓶中,置于冰箱内 4℃ 保存可使用 15d。

6.3.13 标准溶液:称取 0.1268g 三氧化二砷(优级纯,在 105℃ 干燥 2h),用 10ml 氢氧化钠溶液溶解,用硫酸溶液中和;用水定量转移入 1 000ml 容量瓶中稀释至刻度。此溶液为 0.10mg/ml 标准贮备液,置于冰箱内保存。临用前,用水稀释成 10.0 μ g/ml 砷化氢标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

6.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.4.1 样品采集:在采样点,用 1 只装有 5.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管,以 1.0L/min 流量采集 15min 空气样品。当吸收液开始褪色时应立即停止采样。

6.4.2 样品空白:将装有 5.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭吸收管的进出气口;置清洁的容器中运输和保存。样品应尽快测定。

6.5 分析步骤

6.5.1 样品处理:用采过样的吸收液洗涤进气管的内壁 3 次后,将吸收液倒入砷化氢发生器的反应瓶中,用 5ml 水分 3 次洗涤吸收管(包括进气管),洗涤液倒入反应瓶。供测定。

6.5.2 标准曲线的绘制:在 7 只砷化氢发生器的反应瓶中,分别加入 0.00、0.10、0.30、0.50、1.00、1.50、2.00ml 砷化氢标准溶液,加吸收液至 5ml,加水 5ml,配成 0.0、1.0、3.0、5.0、10.0、15.0、20.0 μ g

砷化氢标准系列。向各标准管中,加入 0.5ml 盐酸羟胺溶液,摇至黄色褪去;加 10ml 盐酸溶液,加 15ml 水;加 2ml 碘化钾溶液和 0.5ml 氯化亚锡溶液,摇匀;放置 15min;加入 5g 无砷锌粒;立即与装有一段乙酸铅棉花的玻璃导管连接,并将导管的出气口插入装有 5.0ml 二乙氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺氯仿溶液的吸收管的底部;反应 60min 后;取出导管,补加氯仿至 5.0ml,摇匀;于 520nm 波长下测量吸光度,每个浓度重复测定 3 次。以吸光度均值对相应的砷化氢含量(μg)绘制标准曲线。

6.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液。测得的吸光度值后,由标准曲线得砷化氢含量(μg)。

6.6 计算

6.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

6.6.2 按式(5)计算空气中砷化氢的浓度:

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

式中:

C——空气中砷化氢的浓度, mg/m^3 ;

m——测得吸收管样品中砷化氢的含量(减去样品空白), μg ;

V_0 ——标准采样体积,L。

6.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

6.7 说明

6.7.1 本法的检出限为 $0.1\mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度为 $0.007\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 15L 空气样品计)。测定范围为 $0.1\sim 4\mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差为 $1.2\%\sim 8.0\%$ 。

6.7.2 本法的采样效率为 $92.7\%\sim 96.2\%$ 。

6.7.3 反应酸度,还原剂用量,反应时间对测定有影响。