



中华人民共和国国家标准

GB/T 17087—1997

车间空气中钼的等离子体 发射光谱测定方法

Workplace air—Determination of
molybdenum—ICP-AES method



1997-11-11 发布



C9811614

1998-12-01 实施

国家技术监督局 发布
中华人民共和国卫生部

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测车间空气中铅的浓度。本标准是参考了国外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的,本标准与硫氰酸盐比色法的测定资格等效。

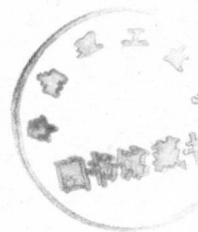
本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:上海市卫生防疫站。

本标准主要起草人:李玉芬、李国强、严怀曾、袁克茵、温忆敏。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。



中华人民共和国国家标准

车间空气中钼的等离子体 发射光谱测定方法

GB/T 17087—1997

Workplace air—Determination of
molybdenum—ICP-AES method

1 范围

本标准规定了等离子体发射光谱测定车间空气中钼浓度的方法。
本标准适用于车间空气中钼浓度的测定。

2 原理

空气中的钼采集在滤膜上,经硝酸-高氯酸-盐酸消解后,在 202.03 nm 波长下,用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)测定钼的含量。

3 仪器

- 3.1 采样夹,有效直径 35 mm。
- 3.2 滤料:微孔滤膜,孔径 0.8 μm 。
- 3.3 粉尘采样器。
- 3.4 锥形烧瓶,100 mL。
- 3.5 具塞试管,25 mL。
- 3.6 电感耦合等离子体发射光谱仪。
载气(氩气):0.6 L/min;
等离子气体(氩气):1.0 L/min;
冷却气(氩气):1.1 L/min;
入射功率:1 150 W;
发射光波长:202.03 nm。

4 试剂:(本法所用水为去离子水)

- 4.1 硝酸 $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$,优级纯。
- 4.2 高氯酸 $\rho_{20}=1.67\text{ g/mL}$ 优级纯。
- 4.3 盐酸 $\rho_{15}=1.18\text{ g/mL}$,优级纯。
- 4.4 消解液:高氯酸-硝酸,1+4。
- 4.5 稀消解液:取 50 mL 消解液稀释到 1 L。
- 4.6 氢氧化钠,分析纯。
- 4.7 三氧化钼,分析纯。
- 4.8 盐酸,6 mol/L。

4.9 钼标准溶液:准确称取 1.500 0 g 三氧化钼溶于弱碱溶液中(5 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中),用盐酸中和,再加 20 mL 盐酸,用去离子水转移到 500 mL 量瓶中,并稀释到刻度。此时溶液为 1 mL 相当于 2 mg 钼。临用时用水稀释到 1 mL 相当于 1 mg 钼的标准溶液。

5 采样

将微孔滤膜安装在采样夹内,以 5 L/min 的流量抽取 75 L 空气。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将装好滤料的采样夹带到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

6.2 样品处理:将采过样的微孔滤膜放入三角烧瓶中,加入 5 mL 消解液,再加 1 mL 盐酸;三角烧瓶口放上小漏斗。在室温下放置 30 min 后放在电热板上加热消解,保持温度在 120℃ 左右,直到溶液至 0.5 mL 左右。取下三角烧瓶,稍冷后加入 2 mL 消解液,重复上述操作。加 10 mL 水,溶液加热到剩 0.5 mL 左右(如还有不溶物可加入 1 mL 盐酸,再在电热板上加热 1 min),用稀消解液洗涤到 25 mL 试管中,并稀释到刻度。

6.3 标准曲线的绘制:取 4 只 25 mL 具塞试管,按表 1 配制标准管。将电感耦合等离子体发射光谱仪调节至最佳操作条件,在 202.03 nm 波长下,分别测定标准管。读取各发射光强度。由发射光强度对钼浓度绘制标准曲线。

表 1 钼标准管的配制

管号	0	1	2	3
标准溶液, mL	0	0.25	0.50	1.00
稀消解液, mL	25.00	24.75	24.50	24.00
钼浓度, μg/mL	0	10	20	40

6.4 测定:用 6.3 相同的仪器操作条件,将处理后的样品进行测定。每测定 10 个样品,用中等浓度的标准校正一次测定结果。样品的发射光强度值减去空白对照的发射光强度值后,由标准曲线查得样品中钼的浓度(μg/mL)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积 V_0 。

$$V_0 = V_t \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;

V_t ——采样体积, L;

p ——采样场所的大气压力, kPa;

t ——采样场所的气温, °C。

7.2 按式(2)计算空气中钼的浓度。

$$c_0 = \frac{c \times V}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_0 ——空气中钼的浓度, mg/m³;

c ——测得的样品液中钼的浓度, μg/mL;

V ——样品处理后所得样品溶液的体积, mL;

V_0 ——同式(1)。

8 说明

- 8.1 本法的检出限为 $0.17 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。本法的最低检出浓度为 $0.056 \text{ mg}/\text{m}^3$ (采 75 L 空气)。当浓度为 10, 20 及 $40 \mu\text{g}/\text{mL}$ 时,其相对标准偏差分别为 2.8%,2.9%及 2.9%。
- 8.2 采样过程中要防止污染,采样后,将采过样的滤膜面朝里对折起来,再用滤纸叠好,置于小塑料袋中,放入盒内。
- 8.3 本法的采样效率为 96.4%~99.7%。平均消解回收率为 98.8%。
- 8.4 200 倍量的钨不干扰测定。
-

中华人民共和国
国家标准
车间空气中钼的等离子体
发射光谱测定方法

GB/T 17087—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7千字

1998年4月第一版 1998年4月第一次印刷

印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-14675 定价 6.00 元

*

标目 332—53