

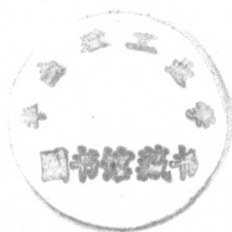


中华人民共和国国家标准

GB/T 17063—1997

车间空气中锑及其化合物的 火焰原子吸收光谱测定方法

Workplace air—Determination of antimony and
its compounds—Flame atomic absorption spectroscopy



1997-11-11 发布



C9811627

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锑及其化合物的浓度。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 5-Br-PADAP 比色法的测定资格等效。

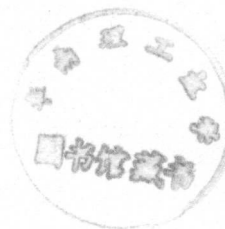
本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:四川省卫生防疫站。

本标准主要起草人:武皋绪、赵承礼。

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

车间空气中锑及其化合物的 火焰原子吸收光谱测定方法

GB/T 17063—1997

Workplace air—Determination of antimony and
its compounds—Flame atomic absorption spectroscopy

1 范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定车间空气中锑及其化合物浓度的方法。

本标准适用于车间空气中锑及其化合物浓度的测定。

2 原理

空气中锑及其化合物采集在微孔滤膜上,用硝酸消解后溶于盐酸中,在 217.6nm 波长下,用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定锑的含量。

3 仪器

3.1 采样夹,滤料有效直径 35mm。

3.2 滤料,微孔滤膜,孔径 0.8 μ m。

3.3 粉尘采样器,0~10L/min。

3.4 高型烧杯或锥形瓶,50mL。

3.5 表面皿,直径约 5cm。

3.6 电热板或电沙浴。

3.7 比色管,10mL。

3.8 原子吸收分光光度计,配乙炔-空气火焰燃烧器,锑空心阴极灯。

4 试剂

4.1 去离子水:通过交换树脂柱所得比电阻大于 500k Ω ·cm 的水,或用全玻蒸馏器重蒸所得水。

4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42$ g/mL,优级纯。

4.3 盐酸, $\rho_{20}=1.18$ g/mL,优级纯。

4.4 盐酸溶液,1+1。

4.5 盐酸溶液,1+99。

4.6 酒石酸溶液,100g/L。

4.7 锑标准溶液:称取 0.1000g 金属锑(高纯)于小烧杯中,加入 10mL 盐酸,0.2mL 硝酸,加热溶解,当剩余酸约三分之一时,补加 10mL 盐酸及 0.2mL 硝酸,继续加热至溶解完毕,补加盐酸至约 10mL,移入 100mL 量瓶中,用水洗涤烧杯数次移入量瓶中,加入 1.5g 酒石酸,加水至刻度,配制成 1.0mg/mL 锑。临用前用盐酸溶液(4.5)配制成 100 μ g/mL 锑的标准溶液。

5 采样

将微孔滤膜安装在采样夹内,以 5L/min 的流量采集 100L 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高型烧杯中,加 2mL 硝酸,盖上表面皿,置电热板上加热(140~160℃)消解,直到滤膜分解并使大部分酸蒸发。再加 2mL 硝酸,重复这一步骤 2 次,并注意不得将样品蒸干。为使消解完全,于最后约 0.5mL 硝酸中加入 2mL 盐酸溶液(4.4),继续蒸发到约 0.5mL,并重复操作 2 次。取下放冷,加入 1mL 酒石酸溶液及 5mL 水,定量移入比色管中,并稀释至 10mL 刻度,供测定。

6.3 标准曲线的绘制:按表 1 配制标准管。

表 1 铈标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, mL	0.0	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0
盐酸溶液(4.5), mL	9.0	8.5	8.0	7.0	6.0	5.0
酒石酸溶液, mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
铈浓度, μg/mL	0	5	10	20	30	40

将火焰原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件,在 217.6nm 波长下,用乙炔-空气火焰(贫燃气火焰)分别测定标准管。每个浓度测定 3 次,求吸光度的均值;以吸光度均值为纵坐标,铈的浓度(μg/mL)为横坐标,绘制标准曲线。

6.4 测定

在标准曲线测定的同样条件下,测定样品和空白对照,以测得的样品吸光度值减去空白对照吸光度值后,由标准曲线查得铈的浓度(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, ℃。

7.2 按式(2)计算空气中铈的浓度

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

式中: C ——空气中铈的浓度, mg/m³;
 c ——测得样品溶液中铈的浓度, 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 本法的检测出限为 $0.6\mu\text{g/mL}$, 灵敏度为 $0.8\mu\text{g/mL}/1\%$, 最低检出浓度为 0.25mg/m^3 (采样体积为 100L)、线性范围为 $2.5\sim 40\mu\text{g/mL}$ 、当铈浓度为 $5, 20, 40\mu\text{g/mL}$, 相对标准偏差分别为 2.9% 、 1.3% 、 1.0% 。

8.2 空气中铈浓度在 $0.1\sim 10.1\text{mg/m}^3$ 范围, 采样效率为 $99.9\%\sim 100\%$ 。采样过程中要注意防止污染和损失。

8.3 采样后, 用清洁的镊子将采过样的滤膜样品面朝里对折两次, 置于清洁的小塑料袋中, 放入盒内, 可长期保存。

8.4 测定所用玻璃仪器, 先用洗涤剂溶液浸泡以除去残留的油脂和化学品, 然后用铬酸液浸泡, 自来水冲洗, 再用浓硝酸处理并用蒸馏水洗涤干净、烘干。

8.5 对 $20\mu\text{g/mL}$ 铈, $1000\mu\text{g/mL}$ 的 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Pb^{2+} , $100\mu\text{g/mL}$ 的 Al^{3+} 、 As^{3+} 、 Cr^{6+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 SiO_3^{2-} 和 $50\mu\text{g/mL}$ 的 Cd^{2+} 、 Ni^{2+} 对测定无干扰。大量的 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 存在时可在 231.2nm 波长下测定。

8.6 本法不能测定以气体状态存在的铈化合物如铈化氢等。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中铈及其化合物的
火焰原子吸收光谱测定方法

GB/T 17063—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—2 000

*

书号:155066·1-14744 定价 6.00 元

*

标 目 334—40