

职业卫生与职业病学

实 习 指 导

(供预防医学专业用)

中南大学湘雅公共卫生学院

劳动卫生与环境卫生学系

二〇〇三年八月

主 编 罗莎菲

主 审 熊敏如

编 者 罗莎菲 熊敏如

黄瑞雪 胡建安

第一章 绪论	1
第二章 粉尘的危害及防治	15
第一节 粉尘的危害	15
第二节 粉尘的防治	15
第三章 粉尘的测定	20
第一节 粉尘测定的意义	20
第二节 粉尘测定的方法	20
第四章 粉尘的采样	25
第一节 粉尘采样的意义	25
第二节 粉尘采样的方法	25
第五章 粉尘的浓度测定	30
第一节 粉尘浓度的测定	30
第二节 粉尘浓度的测定	30
第六章 粉尘的分散度测定	35
第一节 粉尘分散度的测定	35
第二节 粉尘分散度的测定	35
第七章 粉尘的毒性测定	40
第一节 粉尘毒性的测定	40
第二节 粉尘毒性的测定	40
第八章 粉尘的卫生标准	45
第一节 粉尘卫生标准的制定	45
第二节 粉尘卫生标准的制定	45
第九章 粉尘的防护	50
第一节 粉尘防护的意义	50
第二节 粉尘防护的方法	50
第十章 粉尘的治理	55
第一节 粉尘治理的意义	55
第二节 粉尘治理的方法	55

编写说明

职业卫生与职业医学教学大纲课间实习要求加强基本技能训练,培养学生具有开展劳动卫生现场调查和实验室工作的能力。根据我校教学条件和教学实践,需要更新、补充某些实习内容,尤其是现场参观、尘肺 X 线胸片阅读以及职业病病例讨论等尚无实习指导,更需规范实习内容和教学要求才能保证教学质量。为此特编写《职业卫生职业医学实习指导》供我校预防医学专业本科生使用;也可供函授、专升本学生参考。

由于编者水平有限,必然存在某些不足,恳请读者批评指正。

编者

2003年3月

实 习 目 录

实习一	作业环境现场参观	(1)
附一	热水瓶厂劳动卫生概况	(2)
附二	动力机械厂劳动卫生概况	(3)
实习二	作业环境空气有害物质的采集	(4)
实习三	空气铅的测定	(8)
实习四	空气锰的测定	(11)
实习五	空气中苯、甲苯、二甲苯的测定	(13)
实习六	生物材料样品的采集及样品的处理	(20)
实习七	尿铅的测定	(23)
实习八	尿汞的测定	(24)
实习九	尿中 δ -ALA 的测定	(26)
实习十	粉尘的测定	(28)
	①粉尘采样的准备及现场采样	
	②总粉尘浓度的测定	
	③粉尘浓度分散度的测定	
实习十一	作业环境噪声的测定	(32)
实习十二	高温作业工人的生理反应的检测	(37)
实习十三	作业环境气象条件的测定	(40)
实习十四	尘肺的 X 线胸片阅片	(49)
实习十五	职业卫生调查	(53)
实习十六	职业病病例讨论	(57)

实习一 现场参观

一、目的与要求

通过有代表性的劳动生产现场参观学习,使学生进一步了解劳动条件与劳动者健康的关系,理解什么叫劳动过程,什么叫生产过程,什么叫生产环境;重点了解保温瓶厂及动力机械厂生产劳动过程、生产环境中可能产生和存在的职业性有害因素及其可能造成的职业性损害;重点了解5~6种防尘、防毒、降暑降温设施的基本结构、功能及其防护效果。

二、现场参观的主要内容

以长沙市××保温瓶厂和湖南动力机械厂作为现场教学基地。参观学习的主要内容如下:

1、保温瓶厂参观

- 1.1 了解该厂劳动卫生概况
- 1.2 保温瓶生产的主要生产工艺过程
- 1.3 瓶胆、瓶壳生产工艺过程及生产环境中存在哪些职业性有害因素,其中最主要的是什么?
- 1.4 作业工人中存在哪些职业性损害,其中危害最大的是什么?
- 1.5 重点了解通风排毒系统和空气淋浴装置的基本结构、功能和防护效果。

2、动力机械厂参观

- 2.1 该厂劳动卫生概况
- 2.2 主要生产工艺过程
- 2.3 生产工艺过程及生产环境中存在哪些职业性有害因素? 主要的是什么?
- 2.4 该厂存在哪些职业性损害,其中危害最大的是什么?
- 2.5 重点了解局部抽风除尘系统及竹环水浴除尘装置、空气淋浴装置及通风天窗的结构、功能及防护效果。

三、注意事项

- 1、参观前必须预习本实习指导附录1、2工厂劳动卫生概况,明确参观学习的目的、主要内容及注意事项,带着问题参观。
- 2、认真听取并记录工厂劳动卫生概况及现场参观情况介绍,并按要求写出参观报告。
- 3、加强纪律性,听从指挥,注意安全。勿穿凉鞋和裙子。

附录

附录 1:保温瓶厂劳动卫生概况

1、基本情况

该厂是 1953 年建成的中型国有企业。现有职工 1500 多人。以生产保温瓶为主。年产量一千万只。年产值约六千多万元。

由于该厂以生产保温瓶为主,产品技术含量低。产品性质决定了劳动性质为劳动密集型,生产工艺相对落后。机械化、自动化比例不高,绝大多数工艺只能靠手工完成,工人劳动强度大,劳动条件较差。虽然经过十多年治理,与过去相比已有较大改观,但仍然存在许多危害职工健康的有害因素。主要有高温、毒物(苯等)以及噪声、粉尘等其他职业性有毒有害因素。

2、生产工艺及其存在的职业性有害因素

保温瓶生产可分为瓶胆生产和瓶壳制造两大主要工序。每一主要工序又可分为若干小工序。

2.1 瓶胆生产工艺过程

保温瓶胆的制作须经过和料、吹制瓶坯、拉底、封口、镀银、真空等主要生产工序。可产生如下职业性有害因素。

和料:瓶胆生产原料有十几种。其中主要成分多矽砂、纯硷、长石粉、方解石等。这些原料颗粒细微,极易悬浮于空气中污染生产环境空气。矽尘危害是该工序的主要问题。

瓶坯吹制:玻璃原料经过粉碎混合后需进入池炉融化,池炉温度高达 1600℃左右。大量余能及热辐射向四周辐射。夏季车间气温可高达 45℃左右,高温和热辐射是该工序的主要有害。

瓶胆加工:瓶坯经检验合格后进入瓶胆加工线。通过割底、小口拉底、封口、镀银、真空等工序制成瓶胆。在该生产过程中,空气中的煤气始终伴随着工艺过程。夏季车间内气温可达 45℃以上。中暑是该工序的主要职业危害。设备检修时,由于操作不当,未采取强制通风排毒偶有 CO 中毒发生。

2.2 瓶壳生产工艺过程

主要由铁壳或铝配件组成。铁壳成型后进入喷漆工序。铝配件冲压成型后进入抛光工序。

铁壳成型后经打底、喷花、罩光、烘干进入装配。该工序主要存在漆雾(苯及其同系物)等有害有毒物质。93 年开展职业病普查以来,已发现数例慢性苯中毒患者。现均已调离。

铝配件经冲压成型再抛光。抛光又分为化学抛光和机械抛光。化学抛光主要利用酸与铝发生化学反应形成氧化铝。机械抛光是利用外力将铝配件的外表磨光。该工序主要有噪声、振动、粉尘等物理和化学性有害因素产生。

3、职业危害情况

该厂的有害因素包括粉尘、毒物、高温及噪声等。目前所知造成危害的主要有尘肺、苯中毒和中暑。在接触油漆、香蕉水等工序的职工中已发现数例慢性苯中毒。正常生产条件下未发生过 CO 中毒事故。设备检修时由于通风不良偶有 CO 中毒发生。每年约 人次发生中暑。

4、预防职业危害的主要措施

目前该厂劳动卫生状况还不很理想,不太科学。要想从根本上杜绝职业危害尚需努力。现有控制职业危害的主要措施是:①对从事有害工种的职工,进行就业前的健康检查,建立个人健康档案。有禁忌症,不能从事有毒有害作业的职工调离工种,换做其他工作。②定期对有毒有害作业职工健康检查,每2年一次。发现有职业病症兆的积极进行治疗。将患职业病的职工调离岗位,重新安排工作。③定期请职防部门对有毒有害岗位进行环境监测。目前监测的情况都达到了国家颁布的工业卫生标准。④劳动保护,按照有毒有害工种的要求给工人发放口罩,手套和防噪耳机等。⑤对生产工艺进行改造,如对通风排毒设施定期检修、更换。对高温作业岗位,增加通风设备,每年用于防暑降温的费用约10万元左右。

(余见龙)

附录2 湖南动力集团有限公司劳动卫生概况

2.1 基本情况

湖南动力集团有限公司是国家机械工业定点生产内燃机的国有大型企业。生产柴油机有40多年的历史。先后成功的为国家开发了13种机型、60多个变形品种。生产4-6缸柴油机的功力覆盖范围为78-161.7KW,是配套2-8吨客、货车的优良动力。公司拥有引进的加工中心等各种精良设备;建成了机械加工线、铸造造型线、新产品实验室等。通过不断的提高装备水平和采用先进生产工艺,使生产能力不断提高,现已达年产柴油机量为三万台。

公司现有在职员工1385人、退休员工1700人。

2.2 生产工序

工艺生产流程可简单的分为:铸造、热处理、机械加工和总装等

2.3 主要的有害因素

由于生产上的原因,员工们接触一些有害因素是不可避免的,所在的生产工艺不同,员工们所接触的有害物资的种类也就不同。例如:手弧电焊工可接触红外线辐射源;油漆工接触苯等有机溶剂;铸造生产线的配砂、造型、清砂、打磨工序接触粉尘;浇注和热处理车间可接触高温;总装车间主要的有害因素是噪声和振动;清洗车间可接触到苯、高温和其他有害气体。

2.4 预防职业危害的主要措施

针对上述有害因素,从公司员工的健康出发,为了更进一步的提高生产力和保证生产质量,公司近年来采取一些预防职业危害的有效措施,力求减少或控制某些有害因素以保障员工的身体健康,减少职业病的发生,使生产顺利的进行。主要采取了如下措施:给铸造厂的每台壳芯机和射芯机都安装了排风罩,可将砂型加热时产生的有害气体排出;为清砂用的抛光机安装了干、湿两用除尘器,可除去大部分的粉尘粒子,改善了车间的卫生条件;为了减少总装车间漆雾对人体的影响,安装了一套淋油漆雾净化系统,使喷漆时有效的控制和捕集漆雾,减少漆雾的扩散,有效的净化了周围环境;由于空压机房的噪声、震动较强烈,我们安装了一套隔声、消声、隔震设备,力求将噪声和震动控制在卫生标准允许范围内。

实习二 作业环境空气中有毒物质的采集

作业场所空气中化学物质,大多来源于工业生产中逸散出来的废气和烟尘。以气态或气溶胶态的形式存在于作业环境的空气中。由于生产工艺过程不同,不同的作业环境、不同的时间所排放的化学物资的种类和浓度也就不同;需要对每个阶段的空气进行监测,其目的是:

- 1、了解不同作业场所不同时间空气中有害物质的浓度变化的规律;
- 2、评价作业场所有害物质污染的程度;
- 3、估计作业人员接触有害物质的剂量;
- 4、调查职业中毒和公害的原因;
- 5、评价施行控制有害物质措施的效果;
- 6、为制定卫生标准提供科学依据。

由于化学物质在空气中存在的形态不同,在空气中飘浮扩散的速度也各不相同,需要选用不同的采样方法和仪器进行空气采样,并选用不同的测定方法。

第一节 空气采样的基本原则与要求

由于空气中有毒物质的浓度,分布情况受生产工艺、气象条件等因素影响而发生变化。要使采集的样品真实的反映生产场所受污染的情况和对作业人员健康影响程度,空气样品的采集是十分重要的一环,否则即使分析方法很准确,分析仪器很先进,也不可能得出正确的结论,甚至可能得出完全错误的结果。因此要获得满意的检测结果,必须在现场调查的基础上,正确选择采样时间、采样地点、采样方法和采样仪器,才能确保采样结果的真实性,尽可能减少误差。

一、采样方法的选择

必须根据化学物质在空气中存在的形态(气体,蒸汽……)、理化性质(脂溶性,水溶性)、分析方法的灵敏度、现场条件(有无电源……)来确定采样方法;并选择合适的吸收液,吸附剂,以达到采样的高效率。

二、采样点的选择

1、选点原则:根据采样目的和现场调查的结果选择采样点,使采样的样品具有代表性。采样点应设在工人经常活动或停留的地点。采样器尽可能靠近工人,采样器的高度应接近工人的呼吸带(约1.5m高处),但不影响工人的正常操作。如果要评价卫生防护措施的效果,则可在车间内均匀布点,也可在有害物质的排放口、密闭装置内外和可能逸散毒物的缝隙口设点,并在使用安装防护设施前后采样对比。

2、设点数目:应按产品的工艺过程,不同岗位和工序,在凡有逸散待采物质的作业点分别设点。

一个车间内有 1~3 台同样生产设备,设一个点;4~10 台设 2 个点,10 台以上设 3 个点,整个车间一样的设备和工艺程序则梅花形设点。

三、采样频率(次数)

对于经常性的劳动卫生监测,每年至少采样监测一天,分上、下午各采样一次。对于超过了国家最高允许浓度的监测点,则每隔 3 个月复查一次,直至浓度降到最高允许的浓度以内。

对新建、改建、扩建的工矿企业在进行验收或对劳动卫生防护效果进行卫生学评价时,要连续采三天样,上、下午各采一次。

四、采样时间

一般采样时间每次为 15min,测得的结果为每分钟的平均浓度。最短不应小于 5min,最长不应大于 60min。对于间断排毒的车间,可采用分段采样法,如 3~5min 排放一次毒物的采样点,一次采样不足 5min,可在 15min 内连续采 3 次,每次采集所需空气样品体积的 1/3,将三次采样的体积累加。

五、采集样品的数目和时机

每个采样点、每个工作日采 2 次样,每次采集平行样品 2 个,在一个工作日中有害物质浓度变化不大时,可在工作开始 1 小时后的任何时间采 2 次样,浓度变化大的监测点,2 次样应在浓度较高时进行,其中一次应在浓度最高时进行采样。

第二节 空气样品的采集方法

空气采样方法有浓缩法和集气法两种。

浓缩法是以大量空气通过吸收液或吸附剂,将有害物质吸收或阻留,使原来空气中浓度很小的有害物质得以浓缩的方法。

集气法是由于空气中有害物质的浓度或分析方法的灵敏度较高,只需要采集少量的空气即可多分析应用;这时可用一定的容器或将空气收集分析;如可用大的注射器、真空瓶、置换法等。此法测得的结果为空气中的瞬间或短时间内的浓度。

但由于空气中有害物质含量一般较低,为了达到分析方法的灵敏度的要求,多采用浓缩法。

一、液体吸收法:

本法主要是用于采集气体、蒸汽及某些气溶胶之类的有害物质。

1、常用的吸收液:水、水的各种溶液、有机溶剂等。选择怎样的溶液作为吸收液,要根据以下几点而定:①对被测物溶解度大;②化学反应速度快;③吸收液的化学性质稳定;④对分析方法无影响。理想的吸收液不但可吸收被测物,还可作显色剂。一边吸收一边显色,简化了带回实验室分析的手续。

2、常用的吸收管:①大、小型气泡吸收管(大型的可装 5~10ml 液体、小型的可盛 3ml 液体,流量分别为 0.5L/min、0.3L/min)。②多孔玻板吸收管(又称 U 型吸收管,可装 5~10ml 吸收液,采气

流量 0.5L/min)。

对吸收管的要求是：在不增加吸收液的用量前提下，尽可能增加空气与吸收液接触的时间和接触面积。使被测空气通过吸收液的时间要长，所形成的气泡要小，通过液柱要长，从而使被测物质吸收更完全，浓缩更充分。以上两种吸收管的造型就是为达目的而设计的。

采气动力：要使空气通过收集器，必须有采气动力。

注射器、手抽气筒等可作为简单的一次性的采气动力。而电动抽气机的抽气量大，适用于采气量大的采样。如真空泵、薄膜泵、刮板泵、抽气机等。

专用采样器：是根据采集气体和粉尘所需的流量不同，收集器不同而选用相应的电动抽气机和流量计组装而成的。

1、大气采样器：为低流量采样器，空气流速为 0.2~1.2L/min，收集器为盛有吸收液的采样管，用于采集气体、蒸汽和部份气溶胶。

2、粉尘采样器：采集空气的流量大，在 5~30L/min；收集器为装有滤膜、滤纸的采样头，用来采集粉尘，气溶胶。

3、个体采样器：略。

二、固体吸附法：

常用的吸附剂有：

1、颗粒吸附剂：为多孔状物质，孔径一般为 20~200 埃。依据物理吸附和化学吸附的原理，使含有害物质的空气通过吸附剂，使被测物质被吸收剂吸附。常见的有硅胶、活性炭和高分子多孔微球陶瓷素等。

2、纤维滤料：常用的有定量滤纸、玻璃纤维滤纸、过氯乙烯滤膜等，主要是对烟和粉尘状气溶胶颗粒的采样。

3、筛孔状滤料：主要有微孔滤膜，聚氨酯泡沫塑料等。

第三节 空气中有害物质浓度的表示方法与计算

一、气体体积的换算：

由于气体的体积随气温、气压而变化，为了使空气中有害物质的采集条件前后一致，具有可比性，必须将所采集的空气样品的体积换算成标准状态下的采气体积，再计算空气中有害物质的浓度。

标准状态下的气体体积是指：在温度为 0℃，大气压 101.3kPa(760mmHg)时的空气体积(L)。

标准大气压下的采气体积 $V_0 = V_t \times 273 \times P / (273 + t) \times 101.3$

V_t ：实际采气体积(L)

t ：采样地点的温度(C)

P ：采样点的气压(KPa)。

二、有害物质浓度的表示方法

1、重量浓度:即每立方米容积空气中有害物质的质量,用 mg/m^3 或 mg/L 表示,适用于各种形态的物质。

例如测定空气中粉尘浓度时,采样前滤膜重 40.8mg ,采样后为 48.6mg ,增重 7.0mg ,总采气量为 120L ,求空气中粉尘浓度(mg/m^3),则:

$$\text{空气中粉尘浓度}(\text{mg}/\text{m}^3) = (48.6 - 40.8\text{mg})/120\text{L} \times 1000 = 65.00$$

2、体积浓度:国外对气态物质(气体、蒸汽)多以体积浓度表示,因1立方米等于一百万毫升,故以100万分体积中空气中所含有害气体的毫升数即PPM表示。此种表示法受气温、气压的影响较大,须将采气体积换算成标准状态下的采气体积。此时,1克分子物质的气体体积为 24.45L 。

以上两种浓度表示法可互换:

①由PPM换算成 mg/m^3

$$C_{\text{mg}/\text{m}^3} = \text{CPPM} \times (M/24.45)$$

②由 mg/m^3 换算成PPM

$$\text{CPPM} = C_{\text{mg}/\text{m}^3} \times (24.45/M)$$

M:被测物质分子量

三、空气中有害物质浓度的计算

空气样品中被测物质总量(W)与空气被测物的浓度(C)、采气量(L)成正比;而采气流量(R)和采样时间(t)的乘积即为采气体积(V),则:

$$W = C \times R \times t = CV$$

所以空气中被测物资的浓度 $C(\text{mg}/\text{m}^3) = W/R \times t$

试中由被测物资的总量W计算出被测物浓度(mg/M^3)或($\mu\text{g}/\text{L}$)是指采样时间内的平均浓度。

四、空气样品采集的注意事项

1、吸收液、吸附剂和滤料的装卸应在无污染区进行。

2、采样时采样器应尽量靠近工人的呼吸带处,采样过程中要严格观察流量的变化,使流量稳定在所需的刻度。挥发性大的液体应尽量避免挥发(可在冷却的条件下进行)采样后应补充到原刻度。

3、应控制采气流量和采气时间,防止采气量超过收集器所承受能力。因流量过大过快毒物在吸收液中吸收不完全。采样时间过长则采气量过多,收集器不再吸收而脱落,造成采样误差。

4、样品采集后,在保存和运输途中防止损失和变质。

实习三 空气铅的测定

——双硫脲分光光度法(单色法)GB/T

【原理】

在弱硷性(PH8.5-11)条件下,铅离子与双硫脲作用生成红色的双硫脲铅络合物,其颜色的深浅与铅的含量成正比,可根据颜色的深浅进行色定量。

【试剂】

配制试剂和分析用水,应为无铅水。

1、3%硝酸溶液 GR

2、50%柠檬酸铵溶液:取 50g 柠檬酸铵,加适量的水溶解后,置分液漏斗中,加数滴酚红指示剂,用氨水调至红色,再多加几滴,使 PH 为 8.5-11.0,用稀的双硫脲氯仿溶液反复提取至双硫脲氯仿绿色不变。用纯净的氯仿溶液反复洗涤,去除多余的双硫脲,再加水至 100ml。

3、20%盐酸羟胺溶液。

4、0.4%酚红指示剂:称取 100.00mg 酚红于小乳钵中,放少量水研磨溶解后,转入 250mg 容量瓶中,加水至刻度。

5、浓氨水(AR)

6、10%氰化钾溶液(GR)

7、双硫脲氯仿溶液:取提纯过的双硫脲用氯仿溶液稀释至透光率为 60%(于 500mm 波长测定),此时溶液为翠绿色。

8、双硫脲洗除液:5ml 氰化钾与 15ml 浓氨水混合,加水至 500ml。

9、铅标准液:称取经 105℃干燥 2 小时的硝酸铅(GR)1.5984g,加 10ml 浓硝酸及少量蒸馏水溶解后,转入 1000ml 容量瓶中,加水至刻度。此液 1ml = 1mg 铅,再稀释一次,使成 1ml = 10 μ g 铅;临用时稀释成 1mg = 1 μ g 铅。

【采样】

滤膜采样法:将过氯乙烯滤膜置 3%硝酸中浸泡 3-5 分钟,并不停的搅拌,取出,用无铅水浸洗 3 次,晾干备用。将处理好的滤膜固定在采样夹上,使含尘的空气通过装有滤膜的样夹,用粉尘采样器采样,记录采气流量、采样时间、采样点的气温、气压等。

【测定步骤】

所有玻璃仪器必须经过去铅处理。

1、样品的处理和检测

1)旋开滤膜夹,用镊子小心的取下已采样滤膜(受尘面向上)放入小烧杯中;另取一张经去铅处

理未采过样的滤膜放入另一小烧杯中,编号:一为样品,一为空白。

2)于空白、样品管中各加入 20ml 3%硝酸,在电炉上徐徐加热 15~20min,并不时搅动,取下,将溶液过滤到 25ml 比色管中,用热硝酸洗涤烧杯和滤膜 3~4 次,洗液并入比色管,加 3%硝酸至刻度,摇匀。取 10ml(或适量)溶液于另两支 25ml 比色管中,待分析。

3)向空白管和样品管中各加 0.5ml 的柠檬酸铵,5 滴盐酸羟胺和 1 滴酚红指示剂,摇匀,用氨水调到红色,再多加 2~3 滴,加 0.5ml 氰化钾(注:氰化钾在酸性环境中变成有毒的氰氢酸气体,故一定要在硷性溶液中加入氰化钾),摇匀。

4)向各管中加入 5ml 双硫脲应用液,塞紧比色管盖,用力振 100 次(注意放气 2~3 次,以免溶液冲出),静置分层。用吸管吸去水层,弃去氯仿层加 20ml 双硫脲洗除液,振摇 50 次以去除氯仿层中多余的双硫脲,静置分层,用吸管吸去上清液,小心吸取下层氯仿液于 1cm 比色杯中(注意勿将水带入比色杯:吸取 3ml 左右的氯仿溶液,用滤纸擦干吸管壁的水,放掉 1~2 滴带水的氯仿后,再放入比色杯中,留下吸管内最后带水的氯仿液),在 520nm 波长下,以空白管调零比色测定,记录读数(A)。在标准曲线上根据 A 值查出样品中铅含量(C)。

2、标准曲线的制作:取 25ml 比色管 7 支,按下表配制标准色列:(表一)

试 剂	管 号							
	0	1	2	3	4	5	6	
铅标准应用液(ml)	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0	
3%硝酸溶液(ml)	20.0	19.5	19.0	18.0	16.0	14.0	12.0	
铅含量(μg)	0.0	0.5	1.0	2.0	4	6.0	8.0	

余下步骤按样品测定③、④进行,并以铅含量对吸光度作曲线图。

[计算]:

$$\text{空气中铅的浓度}(\text{mg}/\text{m}^3) = 2.5c(\text{mg})/V_0(\text{L})$$

$$V_0 = V_t \times 273 / (273 + t) \times P / 101.3$$

V_0 换算成标准大气压下的采气体积(L)

C: 所取样的中铅的含量(μg)

P: 采样时车间的气压

[评价]:

[注意事项]:

双硫脲对多种金属都具有络合作用,对本实验的干扰因素多,因此实验条件一定要控制好。

1、所用玻璃仪器都应作去铅处理(经 3%硝酸、浸泡 24h)。

2、所用的蒸馏水应是重蒸水或去离子水。

3、空白、采样滤膜应经去铅处理(3%硝酸煮沸,无铅水冲洗,晾干待用)。

4、盐酸羟胺为还原剂,可还原溶液中具有氧化性的物质。柠檬酸可防止硷土金属(Ca^{2+} 、

Mg²⁺、Fe²⁺)的干扰,使其不生成氢氧化物沉淀,有效的防止铅离子被氧化物吸附而沉淀使结果偏低,氰化钾可排除 Cu、Fe、Hg 的干扰,但氰化钾为剧毒品,使用时一定注意安全,废液倒入指定的地方。

5.调 PH 时注意:由于样品呈酸性,加入酚红后为桔红色,此时并不是略硷性环境时的红色,溶液的变色范围为:

桔红色(酸性)→滴加氨水→红黄→黄→淡黄→玫红色(硷性)

6.振摇时应放气,以免气体冲出时使溶液溅出而影响结果。

7.加试剂时注意瓶签,以免弄错试剂。

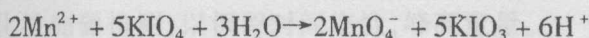
0	1	2	3	4
0.0	0.5	1.0	1.5	2.0
0.0	0.5	1.0	1.5	2.0
0.0	0.5	1.0	1.5	2.0
0.0	0.5	1.0	1.5	2.0

实习四 空气锰的测定

磷酸-高碘酸钾比色法

【原理】

锰及其氧化物(MnO_2)被玻璃纤维滤纸阻留后,用磷酸溶解,在酸性溶液中,被高碘酸钾氧化成紫红色的高锰酸盐,根据颜色深浅进行比色定量。



本法灵敏度: $3\mu g/10ml$

【仪器】

玻璃纤维滤纸(49型)、滤膜夹、粉采样器、50ml 烧杯、10ml 比色管、25ml 比色管、吸管:0.5、1.0、5.0、10.0ml、电炉、分光光度计等。

【试剂】

- 1、85%磷酸;
- 2、16%(V/V)磷酸溶液;
- 3、高碘酸钾;
- 4、硝酸铵;
- 5、锰标准液:

(1)贮备液:将硫酸锰($MnSO_4 \cdot nH_2O$)于 $280^\circ C$ 高温电炉烤 1 小时,取出放入干燥器中,冷却至室温。准确称取 $0.1737g$ 于 $1000ml$ 容量瓶中,用 16% 磷酸溶液溶解并稀释至刻度。此液 $1ml = 0.1mg MnO_2$ 。

(2)应用液:准确量取上述标准液用 16% 磷酸溶液稀释成 $1ml = 30\mu g MnO_2$ 。

【采样】

将直径为 $4cm$ 的玻璃纤维滤纸固定在粉尘采样夹上,以 $10 \sim 15L/min$ 的速度抽取空气 $60 \sim 100L$,取下滤纸向内折叠 $2 \sim 3$ 次,贮于样品盒中,带回实验分析。

【分析步骤】

1、样品处理:将已采样的玻璃纤维滤纸放入 $50ml$ 的烧杯中,加 $4ml$ 85% 磷酸,于电炉上徐徐加热(注意控制温度在 $245 \sim 255^\circ C$,温度太高样品易碳化,则消化不完全)。待玻璃纤维滤纸溶解后,保持加热 $5 \sim 7$ 分钟。取下冷却至室温,(若溶液为褐黑色,可加少许硝酸铵,再于电炉上缓缓加热至无色为止)。加水约 $15ml$,立即搅拌稀释,再于电炉上加热至近沸,乘热过滤至 $25ml$ 比色管中,用少量水分数次洗涤烧杯,洗液一并滤入比色管中,最后加水至刻度。摇匀,量取 $10ml$ (或适量)于 $10ml$ 比色管中待用,此为样品管。按以上方法同时作玻璃纤维滤纸空白管。

2、按下表配制标准色列:(表二)

管 号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液(ml)	0.0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
16%硝酸溶液(ml)	10.0	9.9	9.8	9.6	9.4	9.2	9.0
MnO ₂ 含量(μg)	0.0	3	6	12	18	24	30

3、向样品管、空白管、标准各加入约 0.2g 高碘酸钾，置沸水浴中加热 20 分钟，取出冷却后用 1cm 比色杯，在 530nm 波长下，以空白管作参比(标色列以“0”管作参比)进行比色，读取吸光度。

4、将标准色列各测得的吸光度与相应 MnO₂ 含量(μg)绘制标准曲线。

【计算】

空气中锰及其氧化物浓度(MnO₂·mg/m³) = (25/10 × C)/V₀

式中：C——样品管含锰(MnO₂)量(μg)

V₀——换算成标准状况下的采气体积(L)

实习五 苯、甲苯、二甲苯

(一)直接进样色谱测定方法

苯 GB/T16403 - 1995; 甲苯 GB/T16406 - 1995; 二甲苯 GB/T16409 - 1995

【原理】

用大玻璃注射器采集空气中苯(甲苯、二甲苯)直接进样,经聚乙二醇 6000 柱分离后,用氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高定量。

【仪器】

注射器 100ml、2ml;微量注射器,10 μ l、1 μ l;气相色谱仪,氢焰离子化检测器;色谱柱(柱长 2m、内径 4mm 不锈钢柱、聚乙二醇 6000:6201 红色担体 = 5:100);柱温,90 $^{\circ}$ C;汽化室温度;苯 140 $^{\circ}$ C、甲苯 120 $^{\circ}$ C、二甲苯 120 $^{\circ}$ C;检测室温度:苯 140 $^{\circ}$ C、甲苯 150 $^{\circ}$ C、二甲苯 150 $^{\circ}$ C;载气(氮气):苯 30ml/min、甲苯 69ml/min,二甲苯 ml/min。

【试剂】

苯、甲苯、二甲苯、色谱纯;聚乙二醇 6000,色谱固定液;6201 红色担体,60~80 目。

【采样】

取 100ml 大玻璃注射器,在采样地点用现场空气抽洗 3 次,然后抽取 100ml 空气,将注射器套上塑料帽并垂直放置,当天分析。

【分析步骤】

- 1、对照试验 取下 100ml 注射器的塑料帽,抽取 100ml 清洁空气,与样品同时分析,作为对照。
- 2、样品处理 将样品与对照样品注射器垂直放置,记录实验室的温度的气压。
- 3、标准曲线的绘制 用微量注射器准确抽取一定量的苯、甲苯、二甲苯(于 20 $^{\circ}$ C 时,1 μ l 苯质量为 0.8787mg;甲苯为 0.8669mg;二甲苯为 0.8668mg),注入 100ml 注射器中,配制成一定浓度的标准气体。取一定量的苯、甲苯、二甲苯标准气体混合,用清洁空气稀释成 0.02、0.05、0.10、0.20、0.40 μ g/ml 的苯;0.04、0.10、0.20、0.40、0.80 μ g/ml 甲苯;0.08、0.20、0.40、0.80、1.60 μ g/ml 二甲苯,分别取 1ml 进样,测量保留时间及峰高,每个浓度重复 3 次,取峰高的平均值,分别以苯、甲苯、二甲苯的含量对各自峰高作图,绘制标准曲线,保留时间为定性指标。

【测定】

取 1ml 空气样品直接进样,用保留时间定性,峰高定量。标准色谱图见实习图 1。