

中华人民共和国国家标准

车间空气中氧化锌的双硫脲分光光度测定方法

GB/T 16014—1995

Workplace air—Determination of zinc oxide
—Dithizone spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了车间空气中氧化锌浓度的双硫脲分光光度测定方法。
本标准适用于车间空气中氧化锌浓度的测定。

2 原理

空气中气溶胶态氧化锌用微孔滤膜采集,酸洗脱后,在 pH4~5.5 溶液中与双硫脲生成红色络合物,用四氯化碳提取,比色定量。

3 仪器

- 3.1 微孔滤膜,孔径 0.8 μm 。
- 3.2 采样夹。
- 3.3 空气采样器,流量 0~10 L/min。
- 3.4 具塞比色管,25 mL。
- 3.5 分光光度计。

4 试剂

本法用水为去离子水。

- 4.1 盐酸溶液, $c(\text{HCl})=1.5 \text{ mol/L}$ 。
- 4.2 甲基橙溶液,1 g/L。
- 4.3 氨水,1+1。
- 4.4 双硫脲四氯化碳溶液:取提纯的双硫脲用四氯化碳溶解,并稀释至透光度为 50%(于波长 530 nm 测定,以四氯化碳为参比)。
- 4.5 乙酸钠缓冲溶液:溶解 82 g 乙酸钠于水中,并稀释至 500 mL;另取 62.5 g 冰乙酸,用水稀释至 500 mL。等量混合二液;分次用 10 mL 双硫脲四氯化碳溶液提取锌,直至双硫脲层绿色不变为止;再用四氯化碳洗除溶液中残留的双硫脲,直至四氯化碳层无色为止,弃去四氯化碳层。
- 4.6 硫代硫酸钠溶液:溶解 25 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)于水中,并稀释至 100 mL。按 4.4 中除锌操作除锌。
- 4.7 氧化锌标准溶液:称取 0.500 0 g 锌,溶于 65 mL 盐酸($\rho_{20}=1.19 \text{ g/mL}$)中,定量转移入 500 mL 量瓶中,加水稀释至刻度。取此溶液 0.8 mL,用水稀释至 100 mL,配成 10 $\mu\text{g/mL}$ 氧化锌标准溶液。

5 采样

将装好微孔滤膜的采样夹,在采样点,以 5 L/min 的流量采集 25 L 空气样品。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将装好滤膜的采样夹带至采样点,除不采集空气样品外,其余操作同样品。作为样品的空白对照。

6.2 样品处理:将采过样的滤膜放入 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液,浸泡滤膜,在沙浴上加热至沸,然后浸泡 30 min;取出滤膜,用 10 mL 水分 3 次洗涤滤膜,洗液并入同一烧杯中;将洗脱液定量转移入 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后,取出 0.5 mL,置于 25 mL 具塞比色管中,加水至 25 mL,供测定。

6.3 标准曲线的绘制:取 6 只具塞比色管,按表 1 配制标准管。

表 1 氧化锌标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
氧化锌标准溶液, mL	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
水, mL	5.0	4.9	4.8	4.7	4.6	4.5
氧化锌含量, μg	0	1	2	3	4	5

向各标准管加 1 滴甲基橙溶液,用氨水调至黄色,加入 5 mL 乙酸钠缓冲液和 1 mL 硫代硫酸钠溶液,混匀。各加入 5 mL 双硫脲四氯化碳溶液,用力振摇 2 min;放置分层后,取四氯化碳层,于波长 530 nm 下测定吸光度。以测得的吸光度值对相应的氧化锌含量(μg)绘制标准曲线。

6.4 测定:按测定标准管的同样操作,测定样品溶液和空白对照溶液,由测得的样品吸光度值减去空白对照的吸光度值,查标准曲线得氧化锌的含量(μg)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——标准状况下的采样体积, L;

V ——采样体积, L;

p ——采样场所的大气压力, kPa;

t ——采样场所的气温, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中氧化锌的浓度。

$$X = \frac{200 \times C}{V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——空气中氧化锌的浓度, mg/m^3 ;

C ——测得样品中氧化锌的含量, μg ;

V_0 ——标准状况下的采样体积, L。

8 说明

8.1 本法的检出限为 0.2 $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$ 。当氧化锌浓度为 1.0、3.5 和 4.5 $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$ 时,变异系数分别为 8.3%、0.6%和 2.7%。

- 8.2 当空气中氧化锌浓度为 $0.6 \sim 22.5 \text{ mg/m}^3$ 时,采样效率为 $88.9\% \sim 96.2\%$ 。平均洗脱效率为 95.9% 。
- 8.3 所有玻璃仪器需用 1+1 硝酸溶液浸泡 12 h,再用水冲洗干净。
- 8.4 样品管和标准管的振摇时间或次数应一致,并避免在日光直射下操作。
- 8.5 使用了硫代硫酸钠作掩蔽剂和控制 pH 后,Cu、Pb、Hg、Cd、Co、Bi、Ni、Au、Pd、Ag 和 Sn 都不干扰本法。
-