

中华人民共和国国家标准

车间空气中三氧化二砷 原子吸收光谱测定方法

GB/T 17067—1997

Workplace air—Determination of arsenic trioxide—Atomic absorption
spectrometric method

1 范围

本标准规定了车间空气中三氧化二砷浓度的石墨炉原子吸收光谱测定方法。
本标准适用于生产和使用三氧化二砷的车间空气中三氧化二砷浓度的测定。

2 原理

空气中蒸汽态和气溶胶态三氧化二砷用浸渍微孔滤膜采集,碱洗脱后,用石墨炉火焰原子吸收光谱法测定。

3 仪器

- 3.1 浸渍微孔滤膜,用孔径 $0.8\mu\text{m}$ 直径 20mm 的微孔滤膜在浸渍液中浸泡 30min ,取出后,在清洁的空气中晾干。
- 3.2 小型塑料采样夹。
- 3.3 空气采样器,流量 $0\sim 2\text{L}/\text{min}$ 。
- 3.4 具塞刻度试管, 10mL 。
- 3.5 原子吸收分光光度计,配备石墨炉原子化器。
- 3.6 砷空心阴极灯。

4 试剂

本法用水为去离子水。

- 4.1 浸渍液:称取 10g 聚乙烯吡啶氮氧化物(P204)(Polyvinylpyridine-N-oxide),量取 10mL 甘油,溶于 100mL 水中。
- 4.2 基体改进剂: 0.5g 硝酸镍 $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于少量水中,加 4.5mL 硝酸(高纯),用水稀释至 100mL 。
- 4.3 氢氧化钠溶液, $0.3\text{mol}/\text{L}$ 。
- 4.4 砷标准溶液:精确称取 0.1000g 三氧化二砷(在 105°C 干燥 2h),溶于 10mL 氢氧化钠溶液中,用 $1+6$ 硫酸中和后,用水定量转移入 100mL 量瓶中,并稀释至刻度。此溶液 1mL 相当于 1mg 三氧化二砷,为标准贮备液。使用前,用水稀释成 $10\mu\text{g}/\text{mL}$ 三氧化二砷的标准溶液。

5 采样

将装好浸渍滤膜的小型塑料采样夹,在采样点,以 $1\text{L}/\text{min}$ 的流量采集 15L 空气样品。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将装好浸渍滤膜的小型塑料采样夹带至采样点,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:将采过样的滤膜剪成碎片,放入刻度试管中,加入 9.0mL 氢氧化钠溶液浸泡滤膜,在 70℃ 水浴中加热 15min。取出冷却后,加入 1mL 基体改进剂,用水稀释至 10mL 刻度,摇匀后供测定。

6.3 标准曲线的制备:取 6 只刻度试管,按表 1 配制标准系列。

表 1 三氧化二砷标准系列的配制

管号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, mL	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
基体改进剂溶液, mL	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
氢氧化钠溶液, mL	9.0	8.8	8.6	8.4	8.2	8.0
三氧化二砷含量, $\mu\text{g/mL}$	0.0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

将原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件,使用背景校正,在 193.7nm 波长下,进样 20 μL ,测定各标准管。每个浓度测定 3 次,以测得的吸光度均值对相应的三氧化二砷含量($\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线。

6.4 测定:用测定标准管的同样操作条件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,查标准曲线得三氧化二砷的含量($\mu\text{g/mL}$)。

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 。

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

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;

V ——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)计算空气中三氧化二砷的浓度。

$$C = \frac{10 \times c}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: C ——空气中三氧化二砷的浓度, mg/m^3 ;

10——样品溶液的总体积, mL;

c ——测得样品中三氧化二砷的含量, $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L。

8 说明

8.1 本法的检出限为 0.015 $\mu\text{g/mL}$,最低检出浓度为 0.01 mg/m^3 (采 15L 空气);特征浓度为 0.03 $\mu\text{g/mL}$;平均相对标准偏差为 3.51%。

8.2 浸渍滤膜一定要在采样前一天制备,其采样效率为 88.4%~100%。否则,采样效率会下降。洗脱效率为 94.3%。

8.3 样品在室温下至少可保存 7 天。

8.4 使用了基体改进剂和背景校正后,灰化温度可以提高到 800~1000 $^{\circ}\text{C}$;100 $\mu\text{g/mL}$ 的 Cu、Mg、Mn、Pb、Na,50 $\mu\text{g/mL}$ 的 Fe、Sb,30 $\mu\text{g/mL}$ 的 Ca、Se 和 44 $\mu\text{g/mL}$ 的 Sn 都不干扰本法。