

DB 12

天 津 市 地 方 标 准

DB12/T 799—2018

工作场所空气中砷化氢的测定 原子荧光法

Method for determination of Arsine in the air of workplace by atomic fluorescence
spectrometry

2018 - 06 - 07 发布

2018 - 07 - 08 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由天津市卫生和计划生育委员会提出并归口。

本标准起草单位：天津市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：张万超、张健、赵淑岚、韩承、刘蒙蒙。

工作场所空气中砷化氢的测定 原子荧光法

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中砷化氢浓度的标准。

本标准适用于工作场所空气中气态砷化氢浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 159 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 原子荧光法

3.1 原理

工作场所空气中的砷化氢用次溴酸钠溶液采集，用原子荧光光谱法测定被原子化的砷基态原子发射的荧光强度，以荧光强度值对应砷化氢的浓度绘制标准曲线，通过测量样品的荧光强度值再将其换算为空气中砷化氢的浓度。

3.2 仪器

3.2.1 多孔玻板吸收管。

3.2.2 空气采样器，流量 0 L/min~1L/min。

3.2.3 具塞刻度试管，25mL。

3.2.4 原子荧光光度计，具砷空心阴极灯，仪器操作参考条件参见附录 A。

3.3 试剂

3.3.1 实验用水为去离子水；其他试剂均为优级纯。

3.3.2 盐酸， $\rho_{20}=1.18\text{g/mL}$ 。

3.3.3 饱和溴水。

3.3.4 氢氧化钠溶液，20g/L。

3.3.5 吸收液：取 30mL 饱和溴水，加 30mL 水和 20mL 氢氧化钠溶液，摇匀，置于冰箱内保存。

3.3.6 硫脲-抗坏血酸溶液：分别称取 10g 硫脲和抗坏血酸溶于 100mL 水中，于冰箱内保存。

3.3.7 盐酸溶液，5%：50mL 盐酸用水稀释至 1000mL。

3.3.8 盐酸羟胺溶液，150g/L：15g 盐酸羟胺溶于 100mL 水中。

3.3.9 还原剂：硼氢化钾溶液：称取 1.0g 氢氧化钠，加入水中，待完全溶解后，再加入 4g 硼氢化钾，溶解后摇匀，并稀释至 200mL，现用现配。

3.3.10 标准溶液：称取 0.1268g 三氧化二砷（优级纯，在 105℃干燥 2h），用 10mL 氢氧化钠溶液溶解，用硫酸溶液中和；用水定量转移入 1000mL 容量瓶中稀释至刻度。此溶液为 0.10mg/mL 标准贮备液，置于冰箱内保存。临用前，用盐酸溶液稀释成 25μg/L 砷标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

3.4.1 在采样点，用 1 只装有 5.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管，以 1.0L/min 流量采集 15min 空气样品。当吸收液开始褪色时应立即停止采样。

3.4.2 采样后，立即封闭吸收管的进出气口；置清洁的容器中运输和保存。在 4℃冰箱内样品至少可保存 5 天。

3.5 分析步骤

3.5.1 对照试验：将装有 5.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点，除不连接空气采样器采集空气样品外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

3.5.2 标准曲线的配制和测定：取 6 只 25mL 具塞刻度试管，分别加入 0.0mL~8.0mL 砷标准溶液，分别加入 5.0mL 吸收液和 0.5mL 盐酸羟胺溶液，摇匀至黄色褪去，再加入 2.0mL 硫脲-抗坏血酸溶液，用盐酸溶液定容至刻度，配成 0.0μg/L~8.0μg/L 砷标准系列。参照仪器操作条件，将还原剂加入还原剂瓶，将原子荧光光度计调节至最佳测定条件，分别测定标准系列，以荧光强度对相应的砷浓度（μg/L）绘制标准曲线。

3.5.3 样品处理及测定：用采过样的吸收液洗涤进气管的内壁 3 次后，将吸收液移入 25mL 比色管中，加入 0.5mL 盐酸羟胺溶液，摇匀至黄色褪去，再加入 2mL 硫脲-抗坏血酸溶液，用 5%的盐酸溶液定容至 25mL，摇匀供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白对照溶液。测得的样品荧光强度值减去样品空白对照的荧光强度值后，由标准曲线得砷的浓度（μg/L）。

3.6 计算

3.6.1 按 GBZ 159 的要求，将采样体积换算成标准采样体积，具体见（1）式。

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：\$V_{20}\$ — 标准采样体积，L；

\$V\$ — 采样体积，L；

\$t\$ — 采样点的温度，℃；

\$P\$ — 采样点的大气压，kPa。

3.6.2 按式（2）计算空气中砷化氢的浓度：

$$C = \frac{25c}{V_{20}} \times 1.04 \dots\dots\dots (2)$$

式中：\$C\$ — 空气中砷化氢的浓度，mg/m³；

25 — 样品定容的体积，mL；

\$c\$ — 测得样品溶液中砷的浓度，μg/L；

\$V_{20}\$ — 标准采样体积，L；

1.04 — 砷与砷化氢之间的换算系数。

附 录 A
(资料性附录)
仪器操作参考条件及说明

A.1 仪器操作参考条件：仪器操作条件原子化器高度：8mm；原子化器温度：1050℃；载气（Ar）流量：400mL/min；屏蔽气流量：1000mL/min。

A.2 本法的检出限、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度（以采集 15.0L 空气样品计）、相对标准偏差、采样效率、加标回收率等方法性能指标见表A.1。

表A.1 方法的性能指标

化合物	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量下限 ($\mu\text{g/L}$)	定量测定 范围 ($\mu\text{g/L}$)	最低检出浓 度 (mg/m^3)	相对标准 偏差 (%)	采样效率 (%)	方法回收率 (%)
砷化氢	0.09	0.30	2.0~8.0	0.00015	1.07~2.88	100	98.56~101.3

参 考 文 献

- [1] GBZ/T 210.4-2008 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质测定方法
 - [2] GBZ/T 160.31-2004 工作场所空气有毒物质测定 砷及其化合物
 - [3] 王海兰. 砷化氢的职业危害与防护[J]. 现代职业安全, 2014(7):106-108
 - [4] 查河霞, 袁金华. 工作场所空气中砷化氢的氢化物发生—原子荧光测定法[J]. 工业卫生与职业病, 2008, 34(4):248-249
-