中华人民共和国国家标准

UDC 614.78:613.15:661.649

GB 8912—88

居住区大气中砷化物卫生标准检验方法 二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

Hygienic determination method of arsenide in air of residential areas—Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometric method

1 适用范围

本标准适用于居住区大气中砷化物质量浓度的测定。

1.1 灵敏度

比色体积为5 ml时，1 μg砷应有0.03的吸光度。

1.2 检测下限

本法检出下限为0.5 μg，采样体积以600 L计，最低检出浓度为0.8 μg/m³。

1.3 测定范围

用5 ml吸收液，本法的线性范围为0.5～20 μg，按本法规定的采样条件（600 L）可测浓度范围为0.8～33.3 μg/m³。

1.4 干扰及排除

由于本法采用了将砷化物转变为砷化氢气体来进行测定，避免了大量的干扰因素。100 μg的汞、锰、铜、镍、钴、铅和铁，50 μg的镉没有干扰；三价铋，四价硒，六价铬含量大时对反应有负干扰，但当含量分别低于30 μg，10 μg和20 μg时，没有干扰。锑的性质同砷十分相似。样品中含锑时，可形成SbH，与吸收液形成颜色，使结果偏高，但含量低于50 μg时，对测定没有干扰。

2 原理

采集在经聚乙烯氧化吡啶浸渍的滤纸上的砷化物，加盐酸溶解后，被加入的碘化钾，氯化亚锡和锌粒还原成砷化氢，再与二乙氨基二硫代甲酸银－三乙基胺的三氯甲烷溶液反应，生成红色胶体银，比色定量。

3 试剂和材料

本法中所用的试剂纯度应为分析纯。所有的实验用水均为无砷蒸馏水或去离子水，水质在25℃时电导率小于1.0 μS/cm。

3.1 聚乙烯氧化吡啶〔$(C_2H_3C_5H_4N=O)_n$，$n=3000$以上，又称克矽平，简称P 204〕。

3.2 丙三醇。

3.3 定量滤纸：慢速（或中速）定量滤纸，直径40 mm，每张含砷量不得超过0.1 μg。

3.4 浸渍滤纸：称取10 g聚乙烯氧化吡啶和量取10 ml丙三醇溶于100 ml水中，做浸渍液，将直径40 mm的滤纸浸于溶液中，6 h后取出，置于清洁玻璃板上，放在对流箱内，用红外线灯干燥，制成的浸渍滤纸，存放在玻璃瓶中备用。

3.5 3＋2盐酸溶液。

3.6 15%碘化钾溶液。

中华人民共和国卫生部1988-02-23批准　　1988-12-01实施

3.7 40%氯化亚锡溶液：称量40g氯化亚锡（$SnCl_2 \cdot 2H_2O$）溶于50ml浓盐酸中，加水至100ml。

3.8 无砷锌粒：每克约15粒左右。

3.9 乙酸铅棉花：用10%乙酸铅溶液将脱脂棉浸渍，晾干，备用。使用时，填充在砷化氢发生及吸收装置的过滤器中。

3.10 二乙氨基二硫代甲酸银－三乙基胺－三氯甲烷溶液：称取0.25g二乙氨基二硫代甲酸银，用少量三氯甲烷溶解，加入1.0ml三乙基胺（或三乙醇胺），用三氯甲烷稀释至100ml，放置过夜，如有沉淀物就需要过滤，贮存于棕色瓶中。

3.11 砷标准溶液：准确称量0.1320g经105℃干燥2h的三氧化二砷，溶于2ml 1mol/L氢氧化钠溶液中，加50ml水，再加2ml 1mol/L盐酸溶液，移入100ml容量瓶中，加水至刻度，此溶液1ml＝1mg砷。临用时用水稀成1.0ml＝10μg砷的标准溶液。

4 仪器和设备

4.1 滤纸采样夹：直径40mm（见图1）。

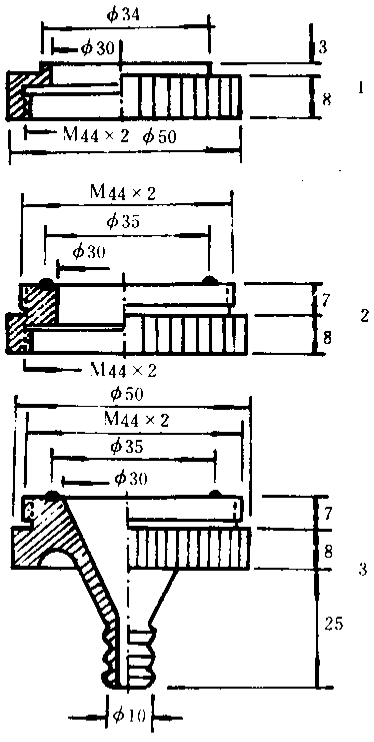

图 1 滤纸采样夹

1—顶盖；2—压环；3—底座

4.2 恒流采样泵：在采样条件下，最大抽气流量可达15L/min，并且流量稳定、可调。恒流误差小于2%。

4.3 流量计：2～20L/min。

4.4 具塞比色管：10ml，内径8mm。

4.5 砷化氢发生及吸收装置（见图2）。

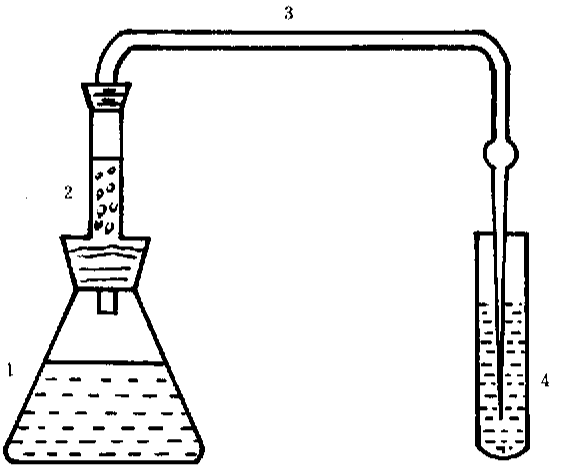

图 2　砷化氢发生及吸收装置

1 —砷化氢发生瓶（容量150 ml三角烧瓶）；2 —填充乙酸铅棉花的过滤器；

3 —导气管；4 —10 ml比色管（直径 8 mm）

4.6　恒温水浴：控温精度为± 1 ℃。

4.7　分光光度计，520 nm，狭缝小于20 nm。

5　采样

将浸有聚乙烯氧化吡啶的滤纸放在采样夹中夹紧，以10 L/min的流量采样60 min。采样前和采样后应用皂膜流量计校准采样系统流量，误差不大于5 %。记录采样点的温度和大气压力。

6　操作步骤

6.1　标准曲线的绘制

6.1.1　精确吸取0.0，0.10，0.30，0.50，1.00，1.50，2.00 ml的砷标准溶液及7张浸渍滤纸分别放于砷化氢发生瓶中，各加水至70 ml，加30 ml 3 + 2 盐酸溶液。

6.1.2　再加 2 ml15%的碘化钾溶液和0.4 ml氯化亚锡溶液，摇匀，放置15 min，加 5 g无砷锌粒，立即与填充有乙酸铅棉花的过滤器和盛有 5 ml二乙氨基二硫代甲酸银－三乙基胺－三氯甲烷溶液的比色管相连，反应 1 h，各管分别补加三氯甲烷至 5 ml，用 1 cm比色皿，在波长520 nm下测吸光度，以吸光度对砷含量（μg）绘制标准曲线。

6.2　样品测定

将采集样品后的滤纸，用光亮无锈的剪刀，将滤纸剪成小块，置于砷化氢发生瓶中，同时取同规格及大小相同的浸渍滤纸作空白对照，各加30 ml 3 + 2 盐酸溶液，置于60 ℃恒温水浴中2.5 h(或室温下放置过夜)，取出，放冷至室温，加70 ml水，以下按绘制标准曲线的操作步骤6.1.2进行，测吸光度，查标准曲线，得砷含量（μg）。

7　结果计算

7.1　将采样体积按公式（1）换算成标准状态下的采样体积。

$$V_0 = V\frac{T_0}{273+t}\cdot\frac{p}{p_0} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：V_0——换算成标准状态下的采样体积，L；

V——采样体积，L；

T_0——标准状态的绝对温度，273 K；

t——采样时采样点的温度，℃；

p_0——标准状态的大气压力，101 kPa（或760 mmHg）；

p——采样时采样点的大气压力，kPa（或mmHg）。

7.2 空气中砷质量浓度按公式（2）计算。

$$C=\frac{a-b}{V_0} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：C——砷浓度，mg/m³；

a——样品滤纸溶液中砷含量，μg；

b——空白滤纸溶液中砷含量，μg。

8 精密度和准确度

8.1 精密度：将2和6μg砷加入到浸渍滤纸上，用本法测定的相对标准差分别为8.3%和3.3%。

8.2 准确度：将2和6μg砷加入到浸渍滤纸上，用本法测定其回收率分别为88%～110%和92%～100%。

附加说明：

本标准由全国卫生标准技术委员会环境卫生标准分委会提出。

本标准由广东省职业病防治院负责起草。

本标准主要起草人叶能权、陆展荣、童映芳。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。