

中华人民共和国国家标准

车间空气中铅的 石墨炉原子吸收光谱测定方法

GB/T 16008—1995

Workplace air—Determination of lead

—Graphite furnace atomic absorption spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用石墨炉原子吸收光谱法测定车间空气中铅。

本标准适用于金属的冶炼、熔铅,印刷业的浇板和铸字,蓄电池、铅玻璃、搪瓷、颜料的制造,以及造船工业的电焊、熔割等生产行业中产生的铅烟和铅尘的测定。

2 原理

铅尘、铅烟采集在微孔滤膜上,将样品用硝酸-高氯酸消解后,在 283.3 nm 波长下,用石墨炉原子吸收法测定铅含量。

3 仪器

- 3.1 采样夹。
- 3.2 滤料:微孔滤膜,孔径 0.8 μm ,直径 40 mm。
- 3.3 抽气机。
- 3.4 流量计,0~10 L/min。
- 3.5 高型烧杯,50 mL。
- 3.6 表面皿或瓷坩埚盖,直径约 5 cm。
- 3.7 电砂浴或电热板。
- 3.8 量瓶,50 mL。
- 3.9 微量进样器,10~25 μL 。
- 3.10 原子吸收分光光度计,具石墨炉装置和设备。
- 3.11 铅空心阴极灯。

4 试剂

- 4.1 去离子水:通过离子交换树脂柱所得比电阻大于 500 $\text{k}\Omega \cdot \text{cm}$,或用全玻璃蒸馏器重蒸所得水。
- 4.2 高氯酸, $\rho_{20}=1.67 \text{ g/mL}$,优级纯。
- 4.3 硝酸, $\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$,高纯。
- 4.4 高氯酸-硝酸,1+9。
- 4.5 硝酸溶液, $c(\text{HNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 4.6 硝酸溶液, $c(\text{HNO}_3)=0.01 \text{ mol/L}$ 。
- 4.7 铅标准溶液:称取 0.159 8 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ (优级纯,在 105 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h),用少量去离子水

(4.1)溶解,转移至 100 mL 量瓶中,加入 1 mL 硝酸(4.3),用去离子水(4.1)稀释至刻度。此溶液为 1.0 mg/mL Pb。临用前,用硝酸溶液(4.6)逐级稀释成 5.0 μg/mL Pb 的标准溶液。

5 采样

将微孔滤膜(3.2)安装在采样夹(3.1)内,以 5 L/min 的速度采集 50 L 空气样品。

6 分析步骤

6.1 对照试验

用未采过样的微孔滤膜(3.2)按照样品处理的操作同样处理作为空白对照。

6.2 样品处理

将采过样的微孔滤膜放入高型烧杯中,加入 5 mL 高氯酸-硝酸(4.4),盖上表面皿,放在电砂浴上加热消解,温度保持在 150~180℃之间。溶液澄明后,继续加热 3~5 min,移开表面皿,在 150℃以下挥干。取下烧杯,加入 5 mL 硝酸溶液(4.5),微热使残渣溶解,转移至 50 mL 量瓶中,用去离子水(4.1)洗涤烧杯数次,洗液并入量瓶,加水至刻度,供测定用。

6.3 标准曲线的绘制

取 6 只高型烧杯,各放入 1 张微孔滤膜(3.2),按下表配制标准管。按 6.2 步骤操作。表中铅的含量为稀释成 50 mL 后的浓度。

铅标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
铅标准溶液(4.7),mL	0	0.10	0.30	0.50	0.70	0.90
硝酸溶液(4.6),mL	1.0	0.9	0.7	0.5	0.3	0.1
铅含量,μg	0	0.01	0.03	0.05	0.07	0.09

将石墨炉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 283.3 nm 波长下,分别测定各标准管。读取吸光度值或记录峰高,绘制标准曲线。

6.4 测定

用 6.3 相同的仪器操作条件,将处理后的样品进行测定,每测定 10 个样品,用中等浓度的标准溶液校正一次测定结果。样品的吸光度值(或峰高)减去空白对照的吸光度值(或峰高)后,由标准曲线查得铅含量。

7 计算

7.1 按式(1)将样品的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 ——标准状况下的样品体积,L;
 V ——样品体积,L;
 t ——温度,C;
 p ——大气压力,kPa。

7.2 按式(2)计算空气中铅的浓度。

$$X = \frac{50C}{V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中：X——空气中铅的浓度，mg/m³；
 C——测得样品溶液中铅的含量，μg；
 V₀——换算成标准状况下的样品体积，L。

8 说明

- 8.1 本法的检测限为 0.002 μg/mL，灵敏度为 0.002 μg/mL，测定范围为 0.01~0.09 μg/mL，合并变异系数为 5.5%。
- 8.2 应用本法于铅烟浓度为 0.02~1.34 mg/m³，铅尘浓度为 0.019~39.99 mg/m³ 的现场采样，平均采样效率为 98.5%。
- 8.3 应在无铅污染的环境中安装滤膜，采样夹和镊子在使用中应保持清洁。
- 8.4 采样后取下滤膜样品，面朝里对折包好，外包一层清洁滤纸，置小塑料袋中，放入样品盒内，样品可长期保存。在运输、贮存时要防止滤膜上粉尘脱落。
- 8.5 样品消解后，应将酸挥干，否则因样品溶液酸度过高影响石墨管的寿命。挥干时温度不宜过高，否则残渣易炭化。
- 8.6 当 Zn²⁺、Ca²⁺、Cd²⁺、Mn²⁺、Cu²⁺、Fe³⁺、Al³⁺、Si⁴⁺、Cr⁶⁺ 的浓度低于 5 μg/mL 时，对测定无干扰。
- 8.7 样品溶液中若有白色沉淀物，可以离心除去。
- 8.8 玻璃器皿要经 1+1 硝酸浸泡过夜，然后用去离子水冲洗。
- 8.9 若用测尘滤膜代替微孔滤膜进行采样，则在消解时要加 10 mL 高氯酸-硝酸(4.4)，必要时可再补加适量混合酸，直至消解完全。也可用 1+4 高氯酸-硝酸代替 1+9 高氯酸-硝酸，以加速消解。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由江苏省卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人郑玲、史桂云。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。