

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 126—1999

作业场所空气中铅的 meso-四 (对磺基苯)卟啉分光光度测定方法

Workplace air—Determination of lead—Meso-tetra-
(sulfophenyl) porphine spectrophotometric method

1999-12-29 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准是与劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测作业场所空气中铅的浓度。本标准是参考了国外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。本标准与 GB/T 16008—1995《车间空气中铅的石墨炉原子吸收光谱测定方法》、GB/T 16009—1995《车间空气中铅的双硫脲分光光度测定方法》和 GB/T 16010—1995《车间空气中铅的火焰原子吸收光谱测定方法》的测定资格等效。

本标准从 2000 年 5 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:安徽省职业病防治所。

本标准主要起草人:冯慧、周青、管斌、邓明镇、梅利华。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

中华人民共和国卫生行业标准

作业场所空气中铅的 meso-四 (对磺基苯)卟啉分光光度测定方法

WS/T 126—1999

Workplace air—Determination of lead—Meso-tetra-
(sulfophenyl) porphine spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中铅浓度的 meso-四(对磺基苯)卟啉分光光度法。
本标准适用于作业场所空气中铅浓度的测定。

2 原理

空气中的铅用 0.8 μm 微孔滤膜采集,样品用硝酸和过氧化氢消解。在弱碱性溶液中($\text{pH}=10.2$),铅与 meso-四(对磺基苯)卟啉(以下简称 TPPS₄)和溴化十六烷基吡啶(以下简称 CPB)定量反应生成稳定的三元络合物,在波长 466 nm 下定量测定。

3 仪器

- 3.1 采样夹。
- 3.2 滤料:0.8 μm 微孔滤膜。
- 3.3 粉尘采样器:流量 0~20 L/min。
- 3.4 锥形瓶:50 mL。
- 3.5 具塞比色管:25 mL。
- 3.6 控温水浴箱。
- 3.7 分光光度计。
- 3.8 比色皿:1 cm。

4 试剂

- 4.1 实验用水为去离子水。
- 4.2 硝酸, $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$,优级纯。
- 4.3 过氧化氢:30%。
- 4.4 缓冲液($\text{pH}=10.2$):用水配制 0.1 mol/L 硼砂溶液,在 pH 计上以 40 g/L 氢氧化钠溶液调至 pH 为 10.2。
- 4.5 指示剂溶液:称取 0.1 g 溴百里酚蓝,用少量 20% 乙酸溶液溶解后,稀释至 100 mL。
- 4.6 显色剂溶液:称取 0.2 g TPPS₄,溶于少量水中,并稀释至 1 000 mL。此溶液置于 4℃ 左右冰箱中可保存六个月,最好临用时配制。
- 4.7 溴化十六烷基吡啶(CPB)溶液:5 g/L。
- 4.8 氰化钾溶液:100 g/L。

4.9 氢氧化钠溶液:400 g/L 和 40 g/L。

4.10 铅标准溶液:国家标准溶液[GBW(E)080129,国家标准物质研究中心制]1 000 $\mu\text{g/mL}$,临用前用去离子水稀释成 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准应用液。

5 采样

将微孔滤膜安装在采样夹内,以 5 L/min 的流量采集 75 L 空气样品,保存好后,带回实验室分析。

6 分析步骤

6.1 对照实验:将装好滤料的采样夹带到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

6.2 样品处理:将采过样的微孔滤膜放入 50 mL 锥形瓶中,加 2 mL 硝酸,于电热板上小火加热消解,至溶液呈浅黄色;再加 3 mL 过氧化氢,消解至无色透明,近干为止。用 12 mL 水将残液定量转移至具塞比色管中;加入 1 滴指示剂,先用 400 g/L 氢氧化钠溶液调 pH 至刚变蓝色,混匀后退色,再用 40 g/L 氢氧化钠溶液准确调至混匀后蓝色不退,并多加两滴;加入 2 mL 缓冲液,1.5 mL 氰化钾溶液,1.5 mL 显色剂溶液,混匀后置于 70~75℃ 恒温水浴加热 4 min;取出后稍冷,加入 1 mL CPB 溶液,用水定容至刻度,摇匀,供测定用。

6.3 工作曲线的绘制:取 6 个 50 mL 锥形瓶,各放一张微孔滤膜,按表 1 配制标准系列。按 6.2 步骤操作。表中铅的浓度为稀释成 25 mL 后的浓度。

表 1 铅标准系列的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
铅标准应用液, mL	0.0	0.1	0.5	1.0	1.5	2.0
水, mL	2.0	1.9	1.5	1.0	0.5	0.0
铅的浓度, $\mu\text{g/mL}$	0.0	0.04	0.2	0.4	0.6	0.8

将仪器按操作条件调节到最佳状态,在波长 466 nm 下,以水为参比分别测定标准系列,每个浓度测定 3 次;求吸光度的均值。以吸光度的均值为纵坐标,铅的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,绘制工作曲线。

6.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照的溶液;以测得的样品吸光度减去空白对照的吸光度后,由工作曲线查得铅的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

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)计算空气中铅的浓度。

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

式中: C ——空气中铅的浓度, mg/m^3 ;

c ——由工作曲线查得的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——样品处理后所得样品溶液的体积, 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 $0.016 \mu\text{g/mL}$, 最低检出浓度为 0.0053 mg/m^3 (采样体积为 75 L); 线性范围为 $0 \sim 0.8 \mu\text{g/mL}$, 当铅的浓度为 $0.04, 0.4, 0.8 \mu\text{g/mL}$ 时, 本法的回收率分别为 $99.6\%, 98.2\%, 98.2\%$ 。其相对标准偏差分别为 $3.34\%, 2.21\%$ 和 3.06% ($n=6$)。

8.2 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。所用玻璃器皿使用前需用 $1+1$ 硝酸溶液浸泡过夜, 洗涤, 再用无铅水冲洗干净。

8.3 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。

8.4 本法最适宜显色 pH 范围为 $9.5 \sim 10.5$, 因此在调节溶液的 pH 值时应予以控制, 否则影响测定结果的准确性。

8.5 TPPS_4 与铅显色反应的温度和时间要加以控制, 否则对测定有很大影响, 在本法条件下水浴 $70 \sim 75^\circ\text{C}$, 加热 4 min 即可定量反应完全, 生成的络合物溶液至少稳定 3 h 。

8.6 当溶液温度低于 10°C 时, 可能会因 CPB 溶解度降低而析出沉淀, 可将比色管置于约 30°C 温水中即可溶解, 不影响测定。

8.7 采用加入 $1.5 \text{ mL } 100 \text{ g/L}$ 氰化钾溶液掩蔽干扰离子, $\text{Mn}^{2+} < 15 \mu\text{g}$; $\text{As}^{3+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Cd}^{2+} < 50 \mu\text{g}$; $\text{Cu}^{2+}, \text{Fe}^{3+} < 60 \mu\text{g}$; $\text{Ni}^{2+}, \text{Zn}^{2+} < 70 \mu\text{g}$; $\text{Cr}^{3+} < 80 \mu\text{g}$; $\text{Mg}^{2+} < 100 \mu\text{g}$; $\text{Ca}^{2+} < 300 \mu\text{g}$, $\text{Al}^{3+} < 6000 \mu\text{g}$, 对测定无干扰。

中华人民共和国卫生
行 业 标 准
作业场所空气中铅的 meso-四
(对磺基苯)卟啉分光光度测定方法
WS/T 126—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
2000年8月第一版 2000年8月第一次印刷
印数 1—1 000

*

*

标 目 417—44