

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 131—1999

作业场所空气中锶及其化合物的 火焰原子吸收光谱测定方法

**Workplace air—Determination of strontium and its
compounds—Flame atomic absorption spectrometric 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锶及其化合物的浓度。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:河南省新乡市职业病防治研究所。

本标准主要起草人:郝大情、谢国红、张一敏、田国均、秦文华。

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

作业场所空气中锶及其化合物的 火焰原子吸收光谱测定方法

WS/T 131—1999

Workplace air—Determination of strontium and its
compounds—Flame atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中锶及其化合物浓度的火焰原子吸收光谱测定方法。
本标准适用于作业场所空气中锶及其化合物浓度的测定。

2 原理

空气中的锶及其化合物采集在微孔滤膜上,将样品用硝酸-高氯酸消解后,在波长 460.7 nm 下,用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定锶含量。

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 采样器:流量范围 3~5 L/min。
- 3.4 烧杯:50 mL。
- 3.5 表面皿:直径约 5 cm。
- 3.6 电热板或电砂浴。
- 3.7 具塞比色管:10 mL。
- 3.8 锶空心阴极灯。
- 3.9 原子吸收分光光度计,仪器操作条件见表 1。

表 1 仪器操作条件

波长, nm	狭缝, nm	灯电流, mA	乙炔流量, L/min	空气流量, L/min	燃烧器高度, mm
460.7	0.5	5	2.0	8.0	8

4 试剂

实验用水为去离子水。

- 4.1 高氯酸: $\rho_{20}=1.67$ g/mL, 优级纯。
- 4.2 硝酸: $\rho_{20}=1.42$ g/mL, 优级纯。
- 4.3 混合消解液:高氯酸-硝酸(1+9)。
- 4.4 硝酸溶液:1+99。
- 4.5 硝酸钡(分析纯)溶液:5 g/L。

4.6 铈标准溶液:标准值为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (国家标准物质研究中心),临用前用硝酸溶液稀释成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铈标准应用液。

5 采样

将微孔滤膜安装在采样夹内,以 5 L/min 的流量采集 50 L 空气。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将装好滤膜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烧杯中,加入 5 mL 混合消解液,盖上表面皿,置于电热板上加热消解,保持温度在 160 $^{\circ}\text{C}$ 左右。待消解液基本挥干时,取下稍冷,用热硝酸溶液溶解残渣,并定量移入具塞比色管中;加入 0.1 mL 硝酸镧溶液后,再用硝酸溶液定容至刻度,混匀供测定。

6.3 标准曲线的绘制:取 6 个具塞比色管,按表 2 配制标准系列。

表 2 铈标准系列的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准应用液, mL	0	0.1	0.3	0.5	0.7	0.9
硝酸镧溶液, mL	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
硝酸溶液, mL	9.9	9.8	9.6	9.4	9.2	9.0
铈的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$	0	1.0	3.0	5.0	7.0	9.0

将仪器按操作条件调节到最佳状态,在波长 460.7 nm 下,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,铈的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,绘制标准曲线。

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,以测得的样品的吸光度减去空白对照的吸光度,由标准曲线查得铈的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采集空气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 ——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)计算空气中铈的浓度。

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

式中: C ——空气中铈的浓度, mg/m^3 ;

c ——由标准曲线查得的铈的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

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 0.028 $\mu\text{g}/\text{mL}$,最低检出浓度为 0.06 mg/m^3 (采样体积为 50 L);线性范围为 0~

9.0 $\mu\text{g/mL}$;当锶的浓度为 1.0, 5.0 和 7.0 $\mu\text{g/mL}$ 时,本法的相对标准偏差分别为 1.5%, 0.9% 和 1.3%。加标回收率为 96.4%~100.3%(加标浓度为 1.5~7.5 $\mu\text{g/mL}$)。

8.2 本法的平均采样效率为 97.1%(空气中锶的浓度为 1.13~20.82 mg/m^3)。

8.3 采样过程中要防止污染,不能在锶的生产现场安装滤膜。采样后,将采过样的微孔滤膜面朝里对折两次,要小心包装好,防止损失,并置于小塑料袋中,可长期保存。

8.4 使用不同型号的原子吸收分光光度计时,可参考本法所选择的乙炔、空气流量及其他参数,要在仪器最佳状态下进行测定。

8.5 当车间空气中锶及其化合物浓度过高且超出线性范围时,可适当稀释样品,与计算所得结果相符。

8.6 当锶含量为 5.06 $\mu\text{g/mL}$ 时,500 $\mu\text{g/mL}$ Cd^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Co^{2+} 及 300 $\mu\text{g/mL}$ Mn^{2+} 、 Ca^{2+} 不干扰测定。样品中含有 100 $\mu\text{g/mL}$ Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Si^{4+} 时会产生不同程度的负干扰,在标准和样品溶液中同时加入 1 mL 100 g/L 抗坏血酸可消除 Fe^{3+} 的干扰,加入 0.4 mL 100 g/L 硝酸镧和 0.6 mL 100 g/L 氯化钠可消除 Al^{3+} 的干扰,加入 1.5 mL 100 g/L 硝酸镧和 0.6 mL 100 g/L 氯化钠可消除 Si^{4+} 的干扰。

8.7 当测定结果以碳酸锶、硝酸锶及氯化锶表示时,应分别乘以换算系数 1.68, 2.42 及 1.81。

中华人民共和国卫生
行业标准
作业场所空气中锍及其化合物的
火焰原子吸收光谱测定方法
WS/T 131—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—47