

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.47—2017
代替 GBZ/T 160.31—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 47 部分：砷及其无机化合物

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 47: Arsenic and its inorganic compounds

2017-11-09 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第47部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.31—2004《工作场所空气有毒物质测定 砷及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.31—2004相比，主要修改如下：

——修改了标准名称；

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——氧化砷的溶剂洗脱-二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：叶能权、童映芳、陆展荣。

——砷化氢的溶液吸收-二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：叶能权、童映芳、陆展荣。

——砷及其无机化合物的酸消解-原子吸收光谱法

主要起草单位：湖北省武汉市劳动卫生职业病防治研究所。

主要起草人：禹金彪、宋为丽。

——砷及其无机化合物的酸消解-原子荧光光谱法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

主要起草人：闫慧芳、张敬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16034—1995；

——GB/T 16035—1995；

——WS/T 129—1999；

——GBZ/T 160.31—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 47 部分：砷及其无机化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中砷及其无机化合物的酸消解-原子荧光光谱法和酸消解-原子吸收光谱法，氧化砷的溶剂洗脱-二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法，砷化氢的溶液吸收-二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中砷及其无机化合物（包括三氧化二砷、五氧化二砷和砷化氢等）浓度的检测。

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 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 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的测定方法

3 砷及其无机化合物的基本信息

砷及其无机化合物的基本信息见表1。

表1 砷及其无机化合物的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	元素符号/ 分子式	相对原子质量/ 相对分子质量
砷及其无机化合物 (Arsenic and inorganic compounds)	7440-38-2 (As)	As	74.92
三氧化二砷 (Arsenic trioxide)	1327-53-3	As ₂ O ₃	197.84
五氧化二砷 (Arsenic pentoxide)	1303-28-2	As ₂ O ₅	459.68
砷化氢 (砷,Arsine)	7784-42-1	AsH ₃	77.94

4 砷及其无机化合物的酸消解-原子荧光光谱法

4.1 原理

空气中蒸气态和气溶胶态砷及其化合物（包括三氧化二砷和五氧化二砷等，砷化氢除外）用浸渍微孔滤膜采集，消解后，砷被还原成砷化氢，在原子荧光光度计的原子化器中，生成的砷基态原子吸收193.7 nm 波长，发射出原子荧光，测定原子荧光强度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 浸渍滤膜：在使用前1天，将微孔滤膜（孔径0.8 μm）在浸渍液（4.3.2）中浸泡30 min，取出在清洁空气中晾干，密封备用。

4.2.2 大采样夹，滤料直径为37 mm或40 mm。

4.2.3 小采样夹，滤料直径为25 mm。

4.2.4 空气采样器，流量范围为0 L/min~5 L/min。

4.2.5 微波消解器。

4.2.6 具塞刻度试管，25 mL。

4.2.7 原子荧光光度计，具氢化物发生装置和砷空心阴极灯，仪器操作参考条件：

- a) 原子化器高度：8 mm；
- b) 原子化器温度：1050℃；
- c) 载气(氩)流量：400 mL/min；
- d) 屏蔽气(氩)流量：1000 mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为去离子水，试剂为优级纯。

4.3.2 浸渍液：溶解9.5 g 碳酸钠于100 mL水中，加入5 mL 丙三醇，摇匀。

4.3.3 硝酸， $\rho_{20}=1.42$ g/mL。

4.3.4 过氧化氢，30%（体积分数）。

4.3.5 盐酸溶液，1.2 mol/L。

4.3.6 预还原剂溶液：12.5 g 硫脲加热溶于约80 mL水中，冷却后，加入12.5 g 抗坏血酸，溶解后，加水到100 mL，贮存于棕色瓶中，可使用1个月。

4.3.7 硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：1 g 硼氢化钾（或硼氢化钠）和0.5 g 氢氧化钠溶于水并稀释至100 mL。

4.3.8 标准溶液：用水稀释国家认可的砷标准溶液成1.0 μg/mL 砷标准应用液。

4.4 样品的采集、运输和保存

4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.2 短时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的大采样夹，以3.0 L/min 流量采集15 min 空气样品。

4.4.3 长时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的小采样夹，以1.0 L/min 流量采集2 h~8 h 空气样品。

4.4.4 采样后，打开采样夹，取出浸渍滤膜，接尘面朝里对折两次，放入清洁的塑料袋或纸袋中，置清洁容器内运输和保存。样品在低温下可保存15 d。

4.4.5 样品空白：在采样点，打开装好浸渍滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋中，然后与样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于2个样品空白。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理：将采过样的浸渍滤膜放入微波消解器的消化罐中，加入 3 mL 硝酸和 2 mL 过氧化氢后，置于微波消解器内消解。消解完成后，在水浴中挥发硝酸至近干。用盐酸溶液定量转移残液入具塞刻度试管中，定容至 25.0 mL。取 10.0 mL 样品溶液于另一具塞刻度试管中，加入 2.0 mL 预还原剂溶液，摇匀，供测定。

4.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支消化罐，各放入一张浸渍滤膜，分别加入 0.0 mL~0.50 mL 砷标准应用液，各加入 3 mL 硝酸和 2 mL 过氧化氢，按样品处理操作，制成 25.0 mL 溶液，为 0.0 μg/mL~0.020 μg/mL 浓度范围的砷工作系列。各取 10.0 mL 于具塞刻度试管中，加入 2.0 mL 预还原剂溶液，摇匀。参照仪器操作条件，将原子荧光光度计调节至最佳测定状态，分别测定工作系列各浓度的荧光强度。以测得的荧光强度对相应的砷浓度(μg/mL)绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

4.5.3 样品测定：用测定工作系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的荧光强度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中砷的浓度(μg/mL)。若样品溶液中砷的浓度超过测定范围，用盐酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(1)计算空气中砷的浓度：

$$C = \frac{25C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C——空气中砷的浓度，乘以系数1.32或1.53，分别为三氧化二砷或五氧化二砷的浓度，单位为毫克每立方米(mg/m³)；

25——样品溶液的体积，单位为毫升(mL)；

C₀——测得的样品溶液中砷的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V₀——标准采样体积，单位为升(L)。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度(C_{TWA})按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 0.22 ng/mL，定量下限为 0.73 ng/mL，定量测定范围为 0.73 ng/mL~20 ng/mL；以采集 45 L 空气样品计，最低检出浓度为 1.2×10⁻⁴ mg/m³，最低定量浓度为 4×10⁻⁴ mg/m³；相对标准偏差为 1.7%~2.6%，平均采样效率>95%。

4.7.2 在工作场所空气中，三氧化二砷和五氧化二砷等砷化物经常以气溶胶态为主、伴以小量蒸气态存在。使用浸渍滤膜，可以采集空气中砷及其无机化合物的粉尘和蒸气，若不用浸渍滤膜，则只能采集气溶胶态的砷及其无机化合物，不能采集蒸气态。

4.7.3 样品挥发硝酸时，温度不能过高，不能将溶液挥发干。样品消解也可采用下法的样品处理操作。

5 砷及其无机化合物的酸消解-原子吸收光谱法

5.1 原理

空气中气溶胶态和蒸气态砷及其化合物(除砷化氢外)用浸渍滤膜采集，消解后，还原成的砷化氢被载气带入原子吸收分光光度计的石英原子化器内，在193.7 nm 波长下，测定砷的原子吸收强度，进行定量。

5.2 仪器

- 5.2.1 浸渍滤膜：在使用前1天，将微孔滤膜（孔径为0.8 μm）浸泡在浸渍液（5.3.2）中30 min，取出在清洁空气中晾干，备用。
- 5.2.2 大采样夹，滤料直径为37 mm或40 mm。
- 5.2.3 小采样夹，滤料直径为25 mm。
- 5.2.4 空气采样器，流量范围为0 L/min~5 L/min。
- 5.2.5 烧杯，50 mL。
- 5.2.6 控温电热器。
- 5.2.7 具塞刻度试管，25 mL。
- 5.2.8 原子吸收分光光度计，具氢化物发生装置、石英原子化器和砷空心阴极灯。

5.3 试剂

- 5.3.1 实验用水为去离子水，用酸为优级纯。
- 5.3.2 浸渍液：9.5 g 碳酸钠溶于100 mL水中，加入5 mL 丙三醇，摇匀。
- 5.3.3 消解液：1 体积高氯酸（ $\rho_{20}=1.67$ g/mL）与9 体积硝酸（ $\rho_{20}=1.42$ g/mL）混合。
- 5.3.4 盐酸溶液，5%（体积分数）。
- 5.3.5 预还原剂溶液：40 g 碘化钾和3 g 抗坏血酸溶于盐酸溶液中，稀释至100 mL。
- 5.3.6 硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：1 g 硼氢化钾（或硼氢化钠）和0.5 g 氢氧化钠溶于水中并稀释至100 mL。
- 5.3.7 标准溶液：临用前，用水稀释国家认可的标准溶液成1.0 μg/mL 砷标准应用液。

5.4 样品的采集、运输和保存

- 5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 5.4.2 短时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的大采样夹，以3 L/min 流量采集15 min 空气样品。
- 5.4.3 长时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的小采样夹，以1 L/min 流量采集2 h~8 h 空气样品。
- 5.4.4 采样后，打开采样夹，取出浸渍滤膜，接尘面朝里对折两次，放入清洁的塑料袋或纸袋内，置清洁的容器内运输和保存。样品在低温下可保存15 d。
- 5.4.5 样品空白：在采样点，打开装好浸渍滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋内，然后与样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于2 个样品空白。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 样品处理：将采过样的将浸渍滤膜放入烧杯中，加入2 mL 消解液，盖好表面皿，在控温电热器上190℃左右消解至溶液近干，取下稍冷，用盐酸溶液定量转移入具塞刻度试管中，稀释至25.0 mL，摇匀。取5.0 mL 样品溶液于另一具塞刻度试管中，加5 mL 预还原剂溶液，和15 mL 盐酸溶液，摇匀，供测定。
- 5.5.2 工作曲线的制备：取5支~8支烧杯，各放入一张浸渍滤膜，分别加入0.0 mL~0.50 mL 砷标准应用液，各加入2 mL 消解液，按样品处理操作，制成25.0 mL 样品溶液，为0.0 μg/mL~0.020 μg/mL 浓度范围的砷标准系列。取5.0 mL 此溶液于另一具塞刻度试管中，加5 mL 预还原剂溶液，和15 mL 盐酸溶液，摇匀。将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态，在193.7 nm 波长下，分别测定工作系列各你哪的的吸光度。以测得的吸光度对相应的砷浓度(μg/mL)绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。

5.5.3 样品测定：用测定工作系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中砷的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。若样品溶液中砷的浓度超过测定范围，用盐酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式(2)计算空气中砷的浓度：

$$C = \frac{25C_0}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——空气中砷的浓度，乘以系数1.32或1.53，分别为三氧化二砷或五氧化二砷的浓度，单位为毫克每立方米(mg/m^3)；

25——样品溶液的体积，单位为毫升(mL)；

C_0 ——测得的样品溶液中砷的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V_0 ——标准采样体积，单位为升(L)。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度(C_{TWA})按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 $0.0002 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $0.0007 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $0.0007 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 0.020 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 45 L 空气样品计，最低检出浓度为 $1.2 \times 10^{-4} \text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $4 \times 10^{-4} \text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为 1.7%~2.6%，平均采样效率>95%。

5.7.2 在工作场所空气中，三氧化二砷和五氧化二砷等砷化物经常以气溶胶态为主、伴以小量蒸气态存在。使用浸渍滤膜，可以采集空气中砷及其无机化合物的粉尘和蒸气，若不用浸渍滤膜，则只能采集气溶胶态的砷及其无机化合物，不能采集蒸气态。

5.7.3 样品消解温度不能过高，不能将溶液蒸干。样品处理也可采用上法的微波消解。

5.7.4 样品消解溶液中 10000 倍的铁、锰、铅、镉，1000 倍的铜、镍、钼、钴，100 倍的锡、铬， $0.01 \mu\text{g}/\text{mL}$ 硒，对 $0.01 \mu\text{g}/\text{mL}$ 砷测定不干扰。

6 氧化砷的溶剂洗脱-二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

6.1 原理

空气中的蒸气态和气溶胶态三氧化二砷和五氧化二砷用浸渍滤膜采集，酸洗脱后，在酸性溶液中，被还原生成的砷化氢与二乙氨基二硫代甲酸银反应生成棕红色胶体银，用分光光度计在 520 nm 波长下测量吸光度，进行定量。

6.2 仪器

6.2.1 浸渍滤膜：在使用前一天，将微孔滤膜(孔径 $0.8 \mu\text{m}$)在浸渍液(6.3.2)中浸泡 30 min，取出在清洁空气中晾干，备用。

6.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm。

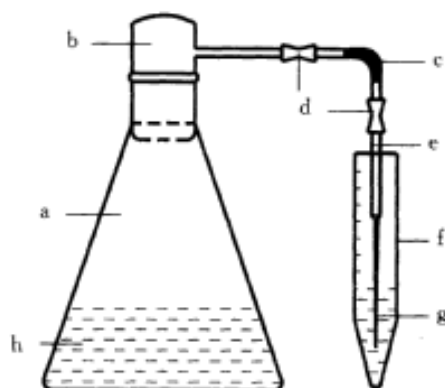
6.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm。

6.2.4 空气采样器，流量范围为 $0 \text{ L}/\text{min} \sim 5 \text{ L}/\text{min}$ 。

6.2.5 具塞刻度试管，25 mL。

6.2.6 恒温水浴。

6.2.7 砷化氢发生器，由反应瓶、玻璃导管和吸收管（刻度试管）组成。见图 1。



说明：

a—砷化氢反应瓶（100 mL 磨口锥形瓶）；

b—玻璃导管；

c—乙酸铅脱脂棉；

d—乳胶管；e—导气毛细管（内径 0.3 mm~0.4 mm，长度 11 cm~12 cm）；

f—吸收管；

g—吸收液；

h—反应液。

图1 砷化氢发生器

6.2.8 分光光度计，具 1 cm 比色皿。

6.3 试剂

6.3.1 实验用水为去离子水，试剂为优级纯。

6.3.2 浸渍液：9.5 g 碳酸钠溶于 100 mL 水中，加入 5 mL 丙三醇，摇匀。

6.3.3 盐酸溶液，0.86 mol/L。

6.3.4 碘化钾溶液，150 g/L。

6.3.5 氯化亚锡溶液：40 g 氯化亚锡溶于 50 mL 盐酸（ $\rho_{20}=1.18$ g/mL）中，加水至 100 mL。

6.3.6 乙酸铅棉花：将脱脂棉浸泡在 100 g/L 乙酸铅溶液中，2 h 后，取出晾干，密封备用。

6.3.7 无砷锌粒，1 g 约 12~15 粒。

6.3.8 显色剂：0.25 g 二乙氨基二硫代甲酸银溶于氯仿，加入 1.0 mL 三乙醇胺，用氯仿稀释至 100 mL，放置过夜，若有沉淀，过滤于棕色瓶中，置于冰箱内保存可使用 15 d。

6.3.9 标准溶液：用水稀释国家认可的砷标准溶液成 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 砷标准应用液。

6.4 样品的采集、运输和保存

6.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.4.2 短时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的大采样夹，以 3.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。

6.4.3 长时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。

6.4.4 采样后，打开采样夹，取出浸渍滤膜，接尘面朝里对折，放入具塞刻度试管中，置清洁容器内运输和保存。样品在低温下可保存 15 d。

6.4.5 样品空白：在采样点，打开装好浸渍滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入具塞刻度试管中，然后与样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.5 分析步骤

6.5.1 样品处理：向装有浸渍滤膜的具塞刻度试管中加入 10 mL 盐酸溶液，置 60°C 左右恒温水浴内 2.5 h。取出冷却后，补加盐酸溶液至 10.0 mL，摇匀。取 5.0 mL 样品溶液，放入砷化氢发生器的反应瓶中，加 5 mL 盐酸溶液和 25 mL 水，供测定。

6.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支砷化氢发生器的反应瓶，分别加入 0.0 mL~2.0 mL 砷标准应用液，各加水至 25 mL，各加 10 mL 盐酸溶液，配成 0.0 μg~20.0 μg 含量范围的砷标准系列。向各标准瓶中加入 2 mL 碘化钾溶液和 0.5 mL 氯化亚锡溶液，摇匀；放置 15 min；加入 5 g 无砷锌粒，立即与装有一段乙酸铅棉花的玻璃导管连接，并将导管的出气口插入装有 5.0 mL 显色剂的吸收管的底部。反应 60 min 后，取出导管，向吸收管补加氯仿至 5.0 mL，摇匀，用分光光度计在 520 nm 波长下，分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的砷含量（μg）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥0.999。

6.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中砷的含量（μg）。若样品溶液中砷浓度超过测定范围，用盐酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

6.6 计算

6.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

6.6.2 按式（3）计算空气中砷的浓度：

$$C = \frac{2M}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

C ——空气中砷的浓度，乘以系数 1.32 或 1.53，分别为三氧化二砷或五氧化二砷的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

M ——测得的样品溶液中砷的含量（减去样品空白），单位为微克（μg）；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）。

6.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ C_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

6.7 说明

6.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 0.08 μg/mL，定量测定范围为 0.08 μg/mL~4 μg/mL；以采集 45 L 空气样品计，最低定量浓度为 0.02 mg/m³；相对标准偏差为 1.2%~8.0%，平均采样效率 >95%。

6.7.2 使用浸渍滤膜，可以采集空气中蒸气态和气溶胶态砷及其无机化合物（除砷化氢外），若不用浸渍微孔滤膜，则只能采集气溶胶态的砷及其无机化合物。

6.7.3 反应的酸度、还原剂的用量和反应时间对测定有影响，应注意控制。

6.7.4 在本法条件下, 样品溶液中 100 μg 汞、锰、镍、钴、铅、铁, 50 μg 镉、铈, 30 μg 铋, 20 μg 铬, 10 μg 硒, 不干扰测定。

7 砷化氢的溶液吸收-二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

7.1 原理

空气中的砷化氢气体用装有次溴酸钠溶液的多孔玻板吸收管采集, 被氧化成砷酸。在酸性溶液中, 砷酸被还原生成砷化氢, 与二乙氨基二硫代甲酸银反应生成橙红色胶体银。用分光光度计在 520 nm 波长下测量吸光度, 进行定量。

7.2 仪器

- 7.2.1 多孔玻板吸收管。
- 7.2.2 空气采样器, 流量范围为 0 L/min~2 L/min。
- 7.2.3 砷化氢发生器, 同 6.2.7。
- 7.2.4 分光光度计, 具 1 cm 比色皿。

7.3 试剂

- 7.3.1 实验用水为去离子水, 试剂为分析纯。
- 7.3.2 吸收液(次溴酸钠溶液): 30 mL 饱和溴水加入到 30 mL 水和 20 mL 20 g/L 氢氧化钠溶液中, 摇匀, 置于冰箱内保存。
- 7.3.3 盐酸羟胺溶液, 150 g/L。
- 7.3.4 盐酸溶液, 6 mol/L。
- 7.3.5 碘化钾溶液, 150 g/L。
- 7.3.6 氯化亚锡盐酸溶液, 400 g/L: 40 g 氯化亚锡溶于 50 mL 盐酸 ($\rho_{20}=1.18$ g/mL) 中, 加水至 100 mL。
- 7.3.7 乙酸铅棉花: 将脱脂棉浸泡在 100 g/L 乙酸铅溶液中, 2 h 后, 取出晾干, 密封备用。
- 7.3.8 无砷锌粒, 1 g 约 12~15 粒。
- 7.3.9 显色剂: 0.25 g 二乙氨基二硫代甲酸银溶于氯仿中, 加入 1.0 mL 三乙醇胺后, 用氯仿稀释至 100 mL, 放置过夜, 若有沉淀, 过滤于棕色瓶中, 于冰箱内可保存 15 d。
- 7.3.10 标准溶液: 用吸收液稀释国家认可的砷标准溶液成 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 砷化氢标准应用液。

7.4 样品的采集、运输和保存

- 7.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 7.4.2 短时间采样: 在采样点, 用装有 5.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管, 以 1.0 L/min 流量采集 ≤ 15 min 空气样品。采样后, 立即封闭吸收管的进口气口, 置清洁的容器中运输和保存。样品应在 24 h 内测定。
- 7.4.3 样品空白: 在采样点, 打开装有 5.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管的进口气口, 并立即封闭, 然后与样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

7.5 分析步骤

7.5.1 样品处理: 用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次后, 将样品溶液转移入砷化氢发生器的反应瓶中, 用 5 mL 水, 分 3 次洗涤吸收管(包括进气管), 洗涤液并入反应瓶, 供测定。

7.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支砷化氢发生器的反应瓶，分别加入 0.0 mL~2.0 mL 砷化氢标准应用液，各加吸收液至 5 mL，配成 0.0 μg~20.0 μg 含量范围的砷化氢标准系列。向各反应瓶中，加入 5 mL 水、0.5 mL 盐酸羟胺溶液，摇至黄色褪去；依次加入 10 mL 盐酸溶液、15 mL 水、2 mL 碘化钾溶液和 0.5 mL 氯化亚锡溶液，摇匀；放置 15 min 后，再加入 5 g 无砷锌粒，立即与装有一段乙酸铅棉花的玻璃导管连接，并将导管的出气口插入装有 5.0 mL 显色剂的吸收管的底部；反应 60 min 后，取出导管，补加氯仿至 5.0 mL，摇匀；用分光光度计在 520 nm 波长下，分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的砷化氢含量（μg）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

7.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中砷化氢的含量（μg）。

7.6 计算

7.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

7.6.2 按式（4）计算空气中砷化氢的浓度：

$$C = \frac{M}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

C ——空气中砷化氢的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

M ——测得的样品溶液中砷化氢的含量（减去样品空白），单位为微克（μg）；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）。

7.7 说明

7.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 0.1 μg/mL，定量测定范围为 0.1 μg/mL~4 μg/mL；以采集 15 L 空气样品计，最低定量浓度为 0.03 mg/m³；相对标准偏差为 1.2%~8.0%，采样效率为 92.7%~96.2%。

7.7.2 反应的酸度、还原剂的用量和反应时间对测定有影响，应注意控制。