

DB36

江西省地方标准

DB36/T 841—2024
代替 DB36/T 841-2015

工作场所空气中锡及其无机化合物的测定

Methods for determination of tin and its inorganic compounds in the air of workplace

地方标准信息服务平台

2024-03-26 发布

2024-09-01 实施

江西省市场监督管理局 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 仪器及材料	1
6 试剂	2
7 样品的采集、运输和保存	2
8 分析步骤	2
9 计算	3
10 说明	3

地方标准信息服务平台

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 DB36/T 841-2015《工作场所空气中金属总锡的测定》，与 DB36/T 841-2015 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 文件名称修改为：“工作场所空气中锡及其无机化合物的测定”；
- 修改了范围（见第 1 章和 DB36/T 841-2015 的第 1 章）；
- 删除和更新了规范性引用文件（见第 2 章和 DB36/T 841-2015 第 2 章）；
- 增加术语和定义（见第 3 章）；
- 修改了仪器及材料（见第 5 章和 DB36/T 841-2015 的第 4 章）；
- 修改了试剂（见第 6 章和 DB36/T 841-2015 的第 5 章）；
- 修改了样品的采集、运输和保存（见第 7 章和 DB36/T 841-2015 的第 6 章）；
- 修改了分析步骤，样品处理增加了水浴消解法，改进了标准系列浓度的表达，补充了废物处理要求（见第 8 章和 DB36/T 841-2015 的第 7 章）；
- 修改了标准采样体积换算表达（见第 9 章和 DB36/T 841-2015 的第 8 章）；
- 修改了说明，补充了部分方法性能指标及样品空白质量控制要求（见第 10 章和 DB36/T 841-2015 的第 9 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江西省卫生健康委员会提出，江西省卫生健康标准化技术委员会（JX/TC 037）归口。

本文件起草单位：江西省职业病防治研究院。

本文件主要起草人：艾林芳、田月、黄文琪、李建昌、赖云、张陆兵、熊萍萍、谢金明。

本文件及其所替代文件的历次版本发布情况为：

- 2015 年首次发布为 DB36/T 841-2015；
- 本次为第一次修订。

工作场所空气中锡及其无机化合物的测定

1 范围

本文件规定了工作场所空气中锡及其无机化合物测定的术语和定义、原理、仪器及材料、试剂、样品的采集、运输和保存、分析步骤、计算、说明。

本文件适用于劳动者进行职业活动、并由用人单位直接或间接控制的所有工作地点空气中锡及其无机化合物浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。凡是注日期的引用文件，仅所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 工作场所空气中有毒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

GBZ/T 300.26 工作场所空气有毒物质测定 第26部分：锡及其无机化合物

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用酸消解-火焰原子吸收光谱法测定空气中气溶胶态锡及其无机化合物。用微孔滤膜采集，样品经酸消解后，进入乙炔-空气火焰原子吸收分光光度计，在224.6 nm波长下测定吸光度，进行定量。

5 仪器及材料

- 5.1 原子吸收分光光度计，具乙炔-空气火焰燃烧器和锡空心阴极灯。
- 5.2 控温电热板：温控精度 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.3 恒温水浴装置：温控精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.4 空气采样器，流量范围为0 L/min~2 L/min 和0 L/min~10 L/min。
- 5.5 大采样夹，滤料直径为37 mm 或40 mm。
- 5.6 小采样夹，滤料直径为25 mm。
- 5.7 微孔滤膜，孔径0.8 μm 。
- 5.8 玻璃烧杯，25 mL。
- 5.9 具塞刻度试管，10 mL。
- 5.10 容量瓶，25 mL。

6 试剂

- 6.1 实验用水为去离子水。
- 6.2 硝酸， $\rho_{20}=1.42$ g/ml，优级纯。
- 6.3 盐酸， $\rho_{20}=1.18$ g/ml，优级纯。
- 6.4 盐酸溶液，10%（体积分数）。
- 6.5 标准溶液：购买国家认可的锡标准溶液。
- 6.6 标准使用液： $\rho(\text{Sn})=500.0$ $\mu\text{g/mL}$ ：用盐酸溶液（6.4）稀释国家认可的锡标准溶液（6.5）成 500.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准使用液。

7 样品的采集、运输和保存

- 7.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
 - 7.1.1 短时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
 - 7.1.2 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 7.2 采样后，打开采样夹，取出微孔滤膜，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。
- 7.3 样品空白：在采样点，打开装好微孔滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋中，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。
- 7.4 样品运输及保存：将样品放入清洁的塑料袋或纸袋中密闭保存，防止样品运输过程的污染。样品运输过程采取适当的防震措施，减少对样品的损害。样品可在干燥、通风、避光、室温环境下长期保存。

8 分析步骤

8.1 样品处理

8.1.1 水浴消解法

将采样后的滤膜置于 10.0 mL 具塞刻度试管中，加入 1.0 mL 盐酸（6.3），置于 100 °C 水浴锅中加热 15 min，滤膜完全消解后取下，待冷却后，用去离子水定容至 10.0 mL，得到样品溶液。

8.1.2 电热消解法

将采样后的滤膜放入玻璃烧杯中，依次加入 4.0 mL 盐酸（6.3）和 0.5 mL 硝酸（6.2）作为消化液，盖上表面皿。在控温电热板上 200 °C 左右消解；待消解液挥发近干时，立即取下；稍冷后，沿烧杯内壁加入盐酸溶液（6.4），溶解残渣。并定量转移入刻度试管中，用盐酸溶液（6.4）定容至 10.0 mL，得到样品溶液。

8.2 标准曲线的绘制

取 5 支~8 支 25 mL 容量瓶，分别加入 0 mL~7.5 mL 锡标准使用液（6.6），用盐酸溶液（6.4）定容至刻度，配成 0 $\mu\text{g/mL}$ ~150.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的锡标准系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳检测状态，在 224.6 nm 波长下，用乙炔-空气富燃气火焰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锡浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。

8.3 样品测定

按照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锡浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。若样品溶液中锡浓度超过测定范围,用盐酸溶液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

8.4 废物处理

实验过程中产生的废液不可随意倾倒,应按照规定委托有资质的单位进行处理。

9 计算

9.1 按 GBZ 159 的方法和相关要求将采样体积换算成标准采样体积。

9.2 按公式 (1) 计算空气中锡的浓度:

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——空气中锡的浓度,单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

10 ——样品溶液的体积,单位为毫升 (mL);

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

V_0 ——标准采样体积,单位为升 (L)。

9.3 空气中的时间加权平均容许浓度按 GBZ 159 相关要求规定计算。

10 说明

10.1 本文件按照 GBZ/T 210.4 的相关条款要求进行研制。

10.2 水浴消解法的检出限为 $0.47 \mu\text{g/mL}$, 定量下限为 $1.48 \mu\text{g/mL}$; 以采集 75 L 空气样品计, 最低检出浓度为 0.06 mg/m^3 , 最低定量浓度为 0.20 mg/m^3 ; 测定范围为 $1.48 \mu\text{g/mL} \sim 150 \mu\text{g/mL}$; 相对标准偏差为 $0.8\% \sim 1.8\%$ 。

10.3 电热消解法的检出限为 $0.46 \mu\text{g/mL}$, 定量下限为 $1.44 \mu\text{g/mL}$; 以采集 75 L 空气样品计, 最低检出浓度为 0.06 mg/m^3 , 最低定量浓度为 0.19 mg/m^3 ; 测定范围为 $1.44 \mu\text{g/mL} \sim 150 \mu\text{g/mL}$; 相对标准偏差为 $0.7\% \sim 3.2\%$ 。

10.4 每批次 2 个空白样品中目标元素测定值应低于方法定量下限。

10.5 经测定, 样品溶液中锡浓度为 $40.0 \mu\text{g/mL}$ 时, $500.0 \mu\text{g/mL Ni}^{2+}$ 、 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} , $100.0 \mu\text{g/mL Na}^+$ 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 、 As^{3+} 、 Cr^{6+} 、 Ca^{2+} , $50.0 \mu\text{g/mL Cd}^{2+}$ 、 Cu^{2+} 不干扰测定。

10.6 本法不能测定锡的氧化物及以气体或蒸气状态存在的锡化合物。