

## 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.53—2017

代替 GBZ/T 160.34—2004

---

### 工作场所空气有毒物质测定 第 53 部分：硒及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 53: Selenium and its 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53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 160.34—2004《工作场所空气有毒物质测定 硒及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.34—2004相比，主要修改如下：

——增加了硒化氢的原子荧光光谱法；

——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：

——硒及其化合物的酸消解-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。

——硒及其化合物的酸消解-二氨基萘荧光分光光度法

主要起草单位：上海市疾病预防控制中心。

主要起草人：李玉芬。

——硒及其化合物的酸消解-氢化物发生-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院。

主要起草人：艾中原、段奇翠。

——硒化氢的溶液吸收-原子荧光光谱法

主要起草单位：河南省职业病防治研究院、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：秦文华、卢艳艳、耿琪、闫慧芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16217—1996附录A；

——WS/T 130—1999；

——GBZ/T 160.34—2004。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第53部分：硒及其化合物

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中硒及其化合物的酸消解-原子荧光光谱法、酸消解-二氨基萘荧光分光光度法和酸消解-氢化物发生-原子吸收光谱法，硒化氢的溶液吸收-原子荧光光谱法。

本部分适用于工作场所空气中硒及其化合物（包括二氧化硒、硒化氢等）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 硒及其化合物的基本信息

硒及其化合物的基本信息见表1。

表1 硒及其化合物的基本信息

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
硒及其化合物 (Selenium and compounds)	7782-49-2 (Se)	Se	78.96
二氧化硒 (Selenium dioxide)	7446-08-4	SeO <sub>2</sub>	110.96
硒化氢 (Hydrogen selenide)	7783-07-5	SeH <sub>2</sub>	80.98

### 4 硒及其化合物的酸消解-原子荧光光谱法

#### 4.1 原理

空气中气溶胶态硒及其化合物用微孔滤膜采集，酸消解后，硒被还原成硒化氢，在原子荧光光度计的原子化器中，生成的硒基态原子吸收196.0nm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 微孔滤膜，孔径 0.8μm。

- 4.2.2 大采样夹，滤料直径为 37mm 或 40mm。
- 4.2.3 小采样夹，滤料直径为 25mm。
- 4.2.4 空气采样器，流量范围为 0L/min~2L/min 和 0L/min~10L/min。
- 4.2.5 微波消解器。
- 4.2.6 具塞刻度试管，25mL。
- 4.2.7 原子荧光光度计，具硒空心阴极灯。仪器操作参考条件：
  - a) 原子化器高度：8mm；
  - b) 原子化器温度：800℃；
  - c) 载气（氩）流量：600mL/min；
  - d) 屏蔽气（氩）流量：1000mL/min。

### 4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水，试剂和酸为优级纯。
- 4.3.2 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$ 。
- 4.3.3 过氧化氢，30%（体积分数）。
- 4.3.4 盐酸溶液，10%（体积分数）。
- 4.3.5 硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：1g 硼氢化钾（或硼氢化钠）和 0.5g 氢氧化钠溶于 100mL 水中。
- 4.3.6 标准溶液：用水稀释国家认可的硒标准溶液成 1.0 $\mu\text{g/mL}$  硒标准应用液。

### 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，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 3.0L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜小采样夹，以 1.0L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 4.4.4 采样后，打开采样夹，取出滤膜，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。样品在室温下可长期保存。
- 4.4.5 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：将微孔滤膜放入消化罐中，加入 3mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，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。加入 5mL 盐酸溶液，用水定量转移入具塞比色管中，并稀释至 10.0mL，样品溶液供测定。
- 4.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支消化罐，各放入一张微孔滤膜，分别加入 0.0mL~3.0mL 硒标准应用液，各加入 3mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，按样品处理操作，制成 10.0mL 溶液，为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~0.30 $\mu\text{g/mL}$  浓度范围的硒工作系列。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硒浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应 $\geq 0.999$ 。
- 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溶液中硒的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。若样品溶液中硒的浓度超过测定范围，用水稀释后测定，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)计算空气中硒的浓度:

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

式中:

$C$ ——空气中硒的浓度,单位为毫克每立方米( $\text{mg}/\text{m}^3$ );

10——样品溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$C_0$ ——测得的样品溶液中硒的浓度(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( $\text{L}$ )。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度( $C_{\text{TWA}}$ )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 $0.005\mu\text{g}/\text{mL}$ ,定量下限为 $0.02\mu\text{g}/\text{mL}$ ,定量测定范围为 $0.02\mu\text{g}/\text{mL}\sim 0.3\mu\text{g}/\text{mL}$ ;以采集45L空气样品计,最低检出浓度为 $0.001\text{mg}/\text{m}^3$ ,最低定量浓度为 $0.004\text{mg}/\text{m}^3$ ;相对标准偏差为 $2.1\%\sim 4.6\%$ ,平均采样效率为 $99.6\%$ 。

4.7.2 本法只能检测空气中气溶胶态硒及其化合物的总浓度,不能分别测定各种硒化物,也不能用于硒化氢等气态和蒸气态硒化物的检测。

4.7.3 样品消解方法也可以使用酸消解-二氨基萘荧光分光光度法(5.5.1)的操作。

## 5 硒及其化合物的酸消解-二氨基萘荧光分光光度法

### 5.1 原理

空气中的气溶胶态硒及其化合物用微孔滤膜采集,酸消解后,硒离子与2,3-二氨基萘(DAN)反应生成荧光络合物,用荧光分光光度计测量荧光强度,进行定量。

### 5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜,孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。

5.2.2 大采样夹,滤料直径为 $37\text{mm}$ 或 $40\text{mm}$ 。

5.2.3 小采样夹,滤料直径为 $25\text{mm}$ 。

5.2.4 空气采样器,流量范围为 $0\text{L}/\text{min}\sim 2\text{L}/\text{min}$ 和 $0\text{L}/\text{min}\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。

5.2.5 烧杯, $50\text{mL}$ 。

5.2.6 控温电热器。

5.2.7 具塞锥形瓶, $150\text{mL}$ 。

5.2.8 分液漏斗, $60\text{mL}$ 。

5.2.9 具塞比色管, $10\text{mL}$ 。

5.2.10 荧光分光光度计,具 $1\text{cm}$ 比色皿,激发光波长 $378\text{nm}$ ,狭缝 $10\text{nm}$ ;发射光波长 $520\text{nm}$ ,狭缝 $8\text{nm}$ 。

### 5.3 试剂

5.3.1 实验用水为去离子水,用酸为优级纯,试剂为分析纯。

5.3.2 消解液:将1体积高氯酸( $\rho_{20}=1.67\text{g}/\text{mL}$ )与9体积硝酸( $\rho_{20}=1.42\text{g}/\text{mL}$ )混合。

5.3.3 荧光红钠溶液:0.050g荧光红钠溶于水,稀释至 $1000\text{mL}$ 。临用前,再稀释成 $0.2\mu\text{g}/\text{mL}$ ,用以调节荧光计的荧光强度为 $100\%$ 。

- 5.3.4 乙二胺四乙酸 (EDTA) 二钠溶液, 74g/L。
- 5.3.5 盐酸羟胺溶液, 10g/L。
- 5.3.6 甲酚红溶液: 0.020g 甲酚红加入 1mL2g/L 氢氧化钠溶液和 2mL 95% (体积分数) 乙醇, 温热溶解, 用 20% (体积分数) 乙醇溶液稀释至 100mL。
- 5.3.7 氨水溶液, 7.2mol/L。
- 5.3.8 盐酸溶液, 6mol/L。
- 5.3.9 2,3-二氨基萘 (DAN) 溶液, 1g/L: 0.1gDAN 于具塞锥形瓶中, 加入 100mL 0.1mol/L 盐酸溶液, 振摇至完全溶解。加入 20mL 环己烷, 振摇 5min, 移入分液漏斗中。分层后, 下层溶液再用环己烷提取 3 次~4 次, 直到环己烷中荧光杂质降至最低为止。将下层放入棕色瓶中, 加环己烷至形成约 0.5cm 层厚, 以隔离空气。保存在冰箱内。
- 5.3.10 无水硫酸钠。
- 5.3.11 标准溶液: 用水稀释国家认可的硒标准溶液成 1.0 $\mu$ g/mL 硒标准应用液。

#### 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, 用装好微孔滤膜的大采样夹, 以 5.0L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 5.4.3 长时间采样: 在采样点, 用装好微孔滤膜的小采样夹, 以 1.0L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 5.4.4 采样后, 打开采样夹, 取出滤膜, 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。样品在室温下可长期保存。
- 5.4.5 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: 将微孔滤膜放入烧杯中, 加入 5mL 消解液, 盖好表面皿, 在控温电热器上 180 $^{\circ}$ C 左右缓缓消解至冒大量白烟为止。用水洗涤表面皿和烧杯内壁, 再加热至冒白烟。取下, 用水定量转移样品入具塞比色管中, 稀释至 10.0mL, 摇匀, 取 1.0mL 样品溶液, 加水至 20.0mL, 供测定。
- 5.5.2 标准曲线的制备: 取 5 支~8 支具塞锥形瓶, 分别加入 0.0mL~1.0mL 硒标准应用液, 各加水至 20mL, 配成 0.0 $\mu$ g~1.0 $\mu$ g 含量范围的硒标准系列。各加 1mL EDTA 二钠溶液, 1mL 盐酸羟胺溶液和 2 滴甲酚红溶液。用氨水溶液和盐酸溶液调节 pH 至 1.5~2.0, 溶液呈浅橙色 (必要时用精密 pH 试纸校对)。于暗室中, 加入 1.5mL DAN 溶液, 摇匀。置沸水浴中 5min, 取出用水冷却; 加入 5.0mL 环己烷, 加塞, 置振荡器上振摇 4min。将溶液定量转移入分液漏斗中, 分层后, 弃去水层, 环己烷通过无水硫酸钠放入具塞比色管。调节好荧光分光光度计, 分别测定标准系列各浓度的荧光强度。以测得的荧光强度对相应的硒含量 ( $\mu$ g) 绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应 $\geq$ 0.999。
- 5.5.3 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。测得的荧光强度值由标准曲线或回归方程得溶液中硒的含量 ( $\mu$ g)。若样品溶液中硒的浓度超过测定范围, 用水稀释后测定, 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) 计算空气中硒的浓度。

$$C = \frac{10M}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$C$  ——空气中硒的浓度, 单位为毫克每立方米 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ );

$10$  ——样品溶液的体积, 单位为毫升 ( $\text{mL}$ );

$M$  ——测得的 $1\text{mL}$ 样品溶液中硒的质量(减去样品空白), 单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$V_0$  ——标准采样体积, 单位为升 ( $\text{L}$ )。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 ( $C_{\text{TWA}}$ ) 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。本法的定量下限为  $0.002\mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量测定范围为  $0.002\mu\text{g}/\text{mL}\sim 0.05\mu\text{g}/\text{mL}$ ; 以采集  $75\text{L}$  空气样品计, 最低定量浓度为  $0.006\text{mg}/\text{m}^3$ ; 平均相对标准偏差为  $1.2\%$ , 平均采样效率为  $99.6\%$ 。

5.7.2 本法只能检测空气中气溶胶态硒及其化合物的总浓度, 不能分别检测各种硒化物, 也不能用于硒化氢等气态和蒸气态硒化物的检测。

5.7.3 要严格控制样品消化的温度和时间以及测定的操作条件。样品处理可以使用上法的微波消解法。

5.7.4 在本法条件下, 样品消解溶液中  $100\mu\text{g}$  锌、铅、铜、铁、锡、钙、锰、铬、镉、铝、镍,  $10\mu\text{g}$  钒, 不干扰测定。

## 6 硒及其化合物的酸消解-氢化物发生-原子吸收光谱法

### 6.1 原理

空气中气溶胶态硒及其化合物用微孔滤膜采集, 酸消解后, 在氢化物发生器内硒还原成硒化氢, 进入石英原子化器内, 生成的硒基态原子吸收  $196.0\text{nm}$  波长, 测量其吸光度, 进行定量。

### 6.2 仪器

6.2.1 微孔滤膜, 孔径  $0.8\mu\text{m}$ 。

6.2.2 大采样夹, 滤料直径为  $37\text{mm}$  或  $40\text{mm}$ 。

6.2.3 小采样夹, 滤料直径为  $25\text{mm}$ 。

6.2.4 空气采样器, 流量范围为  $0\text{L}/\text{min}\sim 2\text{L}/\text{min}$  和  $0\text{L}/\text{min}\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。

6.2.5 烧杯,  $50\text{mL}$ 。

6.2.6 控温电热器。

6.2.7 具塞刻度试管,  $25\text{mL}$ 。

6.2.8 微量进样器,  $10\mu\text{L}$ 。

6.2.9 原子吸收分光光度计, 具氢化物发生装置、石英原子化器和硒空心阴极灯。

### 6.3 试剂

6.3.1 实验用水为去离子水, 用酸为优级纯, 试剂为分析纯。

6.3.2 消解液:  $1$  体积高氯酸 ( $\rho_{20}=1.67\text{g}/\text{mL}$ ) 与  $9$  体积硝酸 ( $\rho_{20}=1.42\text{g}/\text{mL}$ ) 混合。

6.3.3 盐酸溶液,  $8\%$  (体积分数)。

6.3.4 硼氢化钾(或硼氢化钠)溶液:  $1\text{g}$  硼氢化钾(或硼氢化钠)和  $0.5\text{g}$  氢氧化钠溶于  $100\text{mL}$  水中。

6.3.5 标准溶液: 用水稀释国家认可的硒标准溶液, 配制成  $1.0\mu\text{g}/\text{mL}$  硒标准应用液。

### 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，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 3.0L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 6.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜小采样夹，以 1.0L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 6.4.4 采样后，打开采样夹，取出滤膜，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。样品在室温下可长期保存。
- 6.4.5 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：将微孔滤膜放入烧杯中，加入 5mL 消解液，盖好表面皿，在控温电热器上 180℃ 左右缓缓消解至冒大量白烟为止。用水洗涤表面皿和烧杯内壁，再加热至冒白烟。取下，用盐酸溶液定量转移样品入具塞刻度试管中，稀释至 25.0mL，摇匀。取 5.0mL 样品溶液于氢化物发生器的反应瓶中，供测定。
- 6.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支烧杯，各放入 1 张微孔滤膜，分别加入 0.0mL~0.75mL 硒标准应用液，按样品处理操作，制成 25.0mL 样品溶液，为 0.0μg/mL~0.030μg/mL 浓度范围的硒工作系列。按仪器说明书连接好氢化物发生器和石英原子化器，将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态；取 5.0mL 工作系列溶液放入反应瓶中，盖好瓶塞，加入 1mL 硼氢化钠(或硼氢化钾)溶液；5s 后，以 0.8L/min 流量的载气将生成的硒化氢通入用乙炔—空气火焰加热的石英原子化器中；在 196.0nm 波长下，分别测定工作系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的硒浓度(μg/mL)绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。
- 6.5.3 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硒浓度(μg/mL)。若样品溶液中硒浓度超过测定范围，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状况下的体积。
- 6.6.2 按式(3)计算空气中硒的浓度。

$$C = \frac{25C_0}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $C$  ——空气中硒的浓度，单位为毫克每立方米 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )；
- 25 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- $C_0$  ——测得的样品溶液中硒的浓度(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)。

- 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。本法的检出限为 0.004μg/mL，定量下限为 0.013 μg/mL，定量测定范围为 0.013~0.030μg/mL；以采集 45L 空气样品计，最低检出浓度为 0.002mg/m<sup>3</sup>，最低定量浓度为 0.007mg/m<sup>3</sup>；相对标准偏差为 1.6%~4.6%，平均采样效率为 99.6%。
- 6.7.2 样品消解温度不能过高，不能将溶液蒸干，应留约 0.2mL。也可以使用微波消解法。

6.7.3 样品消解溶液中 5000 倍的铁、铅对 0.020 $\mu\text{g}/\text{mL}$  硒不干扰；100 倍的锡、钴，10 倍的砷、铬和 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$  铜、镍，对 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$  硒不干扰。

6.7.4 本法只能检测空气中气溶胶态硒及其化合物的总浓度，不能分别检测各种硒化物，也不能用于硒化氢等气态和蒸气态硒化合物的检测。

## 7 硒化氢的溶液吸收-原子荧光光谱法

### 7.1 原理

空气中的气态硒化氢用装有氢氧化钠溶液的多孔玻板吸收管采集，消解生成硒离子后，再被还原成硒化氢，在原子荧光光度计的原子化器中，生成的硒基态原子吸收196.0nm波长，发射出原子荧光，测定原子荧光强度，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 0L/min~1L/min。

7.2.3 锥形瓶，50mL。

7.2.4 控温电热器。

7.2.5 具塞试管，25mL。

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

- a) 原子化器高度：9mm；
- b) 原子化器温度：200 $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 载气(氩)流量：600mL/min；
- d) 屏蔽气(氩)流量：800mL/min。

### 7.3 试剂

7.3.1 实验用水为去离子水，试剂和酸为优级纯。

7.3.2 消解液：1 体积高氯酸 ( $\rho_{20}=1.67\text{g}/\text{mL}$ ) 与 9 体积硝酸 ( $\rho_{20}=1.42\text{g}/\text{mL}$ ) 混合。

7.3.3 氢氧化钠溶液：0.1mol/L。

7.3.4 硝酸溶液，1% (体积分数)。

7.3.5 硼氢化钾 (或硼氢化钠) 溶液：1g 硼氢化钾 (或硼氢化钠) 和 0.5g 氢氧化钠溶于 100mL 水中。

7.3.6 标准溶液：用硝酸溶液稀释国家认可的硒标准溶液成 0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$  硒标准应用液。

### 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 10.0mL 氢氧化钠溶液的多孔玻板吸收管，以 500mL/min 流量采集 $\geq 15\text{min}$  空气样品。采样后，立即封闭吸收管的进出气口，置清洁容器中运输和保存。样品应在 24h 内测定。

7.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 10.0mL 氢氧化钠溶液多孔玻板吸收管的进出气口，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，取5.0mL置入锥形瓶中，加入2mL消解液，置于控温电热器上180℃左右消解至开始冒白烟时取下，用水定量转移残液入具塞试管中，并稀释至25.0mL，摇匀，样品溶液供测定。

7.5.2 标准曲线的制备：取5支~8支容量瓶，用硝酸溶液稀释标准应用液成0.0μg/mL~0.15μg/mL浓度范围的硒标准系列。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，进样，分别测定标准系列各浓度的荧光强度。以测得的荧光强度对相应的硒浓度（μg/mL）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，测得的荧光强度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中硒浓度（μg/mL）。若样品溶液中硒浓度超过测定范围，用硝酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

## 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）计算空气中硒化氢（按Se计）的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$C$ ——空气中硒化氢（按Se计）的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m<sup>3</sup>）；

10——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$C_0$ ——测得的样品溶液中硒的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；

$V_0$ ——标准采样体积，单位为升（L）。

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

## 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。本法的检出限为0.001μg/mL，定量下限为0.0033μg/mL，定量测定范围为0.0033μg/mL~0.2μg/mL；以采集7.5L空气样品计，最低检出浓度为0.003mg/m<sup>3</sup>，最低定量浓度为0.01mg/m<sup>3</sup>；相对标准偏差为3.1%~7.4%，采样效率为99.7%~100%，消解回收率为98.2%~102.3%。

7.7.2 如果采样时间较长，吸收液有损失时，应补足至10.0mL。

7.7.3 空气中若共存其他硒化合物，可能干扰测定。在多孔玻板吸收管前接一支装有滤料的小采样夹，可以消除气溶胶态硒化合物的干扰。