C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T160.84—2007

工作场所空气中有毒物质测定
钇及其化合物

Methods for determinatio**n o**f yttrium and its compounds
in the air of workplace

2007-6-13 发布　　**2007-11-30** 日实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　　言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》（GBZ 1）和《工作场所有害因素职业接触限值》（GBZ 2），特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法，用于监测工作场所空气中钇及其化合物（yttrium and its compounds）的浓度。本方法为新建立的标准方法。

本标准从 2007 年 11 月 30 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部卫生法制与监督司提出。

本标准起草单位：辽宁省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：伊萍、曲宁、聂莉。

工作场所空气中有毒物质测定钇及其化合物

1　范围

本标准规定了监测工作场所空气中钇及其化合物的电感耦合等离子体发射光谱测定方法。

本标准适用于工作场所空气中气溶胶态钇及其化合物浓度的测定。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款，通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准。然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本使用于本标准。

GBZ 159　工作场所空气中有害物质监测的采样规范。

3 工作场所空气中有毒物质测定钇及其化合物

3.1　原理

空气中气溶胶态钇及其化合物用微孔滤膜采集，消解后,在 371.029nm 波长下,用电感耦合等离子体发射光谱法测定。

3.2　仪器

3.2.1 微孔滤膜,孔径 0.8μm。

3.2.2 采样夹，Φ40mm。

3.2.3 小型塑料采样夹，Φ25mm。

3.2.4 空气采样器,流量 0 —3L/min 和 0 —10L/min。

3.2.5 高型烧杯或锥形瓶，50ml。

3.2.6 表面皿，50 mm。

3.2.7 电热板或电沙浴。

3.2.8 容量瓶，10 ml。

3.2.9 电感耦合等离子体发射光谱仪。

仪器操作参考条件：

分析线 371.029nm；入射功率 1200W；冷却气流量 15 L/ min；载气 1.1 L/ min；等离子气 1.2 L/ min；进样时间 30s；积分时间 5s；清洗时间 30s。

3.3 试剂

实验用水均为高纯水，用酸为优级纯或高纯。

3.3.1　硝酸, ρ20=1.42g/ml。

3.3.2　高氯酸，ρ20=1.67g/ml。

3.3.3　盐酸，ρ20=1.18g/ml。

3.3.4　消化溶液，硝酸:高氯酸＝９：１。

3.3.5　盐酸溶液，1%（v/v）。

3.3.6　标准溶液：称取 0.1000g 金属钇或一定量氧化钇（色谱纯），用稀盐酸溶解并用盐酸溶液稀释至 100ml。此溶液为 1.0mg/ml 钇标准储备液。临用前用盐酸溶液稀释成 100μg/ml 标准溶液。或用国家认可的钇标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输与保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

3.4.1 短时间采样：用装好微孔滤膜的采样夹，以 5L/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.2 长时间采样：将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹，以 1L/min 流量采集 2-8h 空气样品。

3.4.3 个体采样：将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在监测对象的前胸上部，1L/min 流量采集 2-8h 空气样品。

3.4.4 样品空白：将装好滤膜的采样夹带至采样点，除不连接采样器采集空气样品外，其余操作同样品。

采样后将滤膜的接尘面朝里对折，放入清洁的塑料或纸袋中运输和保存。常温下样品可长期保存。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理：将采过样的滤膜放入高型烧杯或锥形瓶中，加入 5ml 混合消化液，盖上表面皿，在电热板上于 120℃加热消解，直至溶液澄清。用水淋洗表面皿，升温至 150℃，溶液近于（约剩 0.5ml）时，从电热板上取下，加入少量盐酸溶液溶解残渣，定量转移至 10ml 容量瓶中，并稀释至刻度。溶液供测定。若样品中钇浓度超过测定范围，可用盐酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制：取 5 个容量瓶，依次加入 0.00、0.10、1.00、2.00、和 4.00ml 标准溶液，用盐酸溶液稀释至刻度，配制成 0.0、1.0、10.0、20.0 和 40.0μg/ ml 钇标准系列。参照仪器操作条件，调节电感耦合等离子体发射光谱仪至最佳操作条件，在 371.029nm 波长下，测定标准系列。每个浓度重复测定 3 次，以发射光强度均值对钇浓度（μg/ ml）绘制标准曲线。

3.5.3 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。由标准曲线得样品溶液中钇的浓度（μg/ ml）。

3.6 计算

3.6.1 按 GBZ159 的规定，参照式（1）将采样体积换算成标准采样体积：

$$V_o = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \quad \cdots\cdots \quad (1)$$

式中：V_o——标准采样体积，L;

V——采样体积，L;

t ——采样点的气温，℃；

P——采样点的大气压，kPa

3.6.2 按式（2）计算空气中钇的浓度：

$$C = \frac{10\,c}{V_o} \quad \cdots\cdots \quad (2)$$

式中: C——空气中钇的浓度，mg/m^3；

c——测得样品溶液中钇的浓度, μg/ml;

V_o——标准采样体积，L；

10——样品预处理溶液体积，ml。

3.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ159 规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限为 0.5μg/ml；最低检出浓度为 $0.07mg/m^3$（以采集 75L 空气样品计）。测定范围为 0.5—40.0μg/ml ；相对标准偏差为 2.5% ~ 8.1%。

3.7.2 本法的采样效率接近 100％。

3.7.3 样品预处理可采用微波消解方法。

3.7.4 在被测元素钇浓度为 20μg/ml 时，小于 50μg/ml In、100μg/ml Fe、Mn、Zn、Ce、La、Mo、Cd、U、Pb 等元素不干扰测定。

工作场所空气中有毒物质钇及其化合物的
电感耦合等离子体发射光谱测定方法

编 制 说 明

1、国内外情况

钇为稀土元素。稀土元素的盐能降低凝血酶原的含量、抑制其活性；能抑制凝血活素生成的许多因素；使纤维蛋白原沉淀；催化分解磷酸化合物。稀土元素的毒性随原子量的增加而减弱[1]。

由于钇及其化合物在工业上应用的普遍性和其对人体的毒害作用，美国、英国和德国等国家已制定了卫生标准，美国为 1mg/m^3（以钇计），并且已有相应的检测方法[2]。我国于 2002 年制定了职业接触限值[3]，PC-STEL 为 2.5mg/m^3（以钇计），PC-TWA 为 1mg/m^3（以钇计）。但尚无配套的监测方法。

为贯彻实施《职业病防治法》，正确评价工作场所空气质量，了解钇及其化合物的浓度，避免职业危害发生，保护接触者身体健康，需建立工作场所空气中钇及其化合物浓度的监测方法。此项工作具有重要的社会效益和潜在的经济效益。

2、采用本法的理由

2.1 钇是一种鳞状的金属，具有铁灰色光泽，属稀土元素，原子量 88.91。存在于矿物独居石、磷钇矿和氧化钇中，并几乎在所有稀土矿物中都可以找到钇。常见的化合物有醋酸钇、硝酸钇、草酸钇和钒酸钇等。其化合物广泛应用于激光、照相和防火材料的工业中[4]。

2.2 钇及其化合物在空气中以气溶胶状态存在。现场可能共存其他金属及化合物。

2.3 本方法采用微孔滤膜采样，硝酸-高氯酸消解， 电感耦合等离子发射光谱法测定，具有灵敏、准确、快速的特点。样品保存期长，适于大量样品集中分析。选择不同的采样方式,可满足 PC-STEL 和 PC-TWA 标准配套的监测需要。各项方法学技术指标，均符合要求[5]。

2.4 本法与国际上发达国家的同类方法相比较，具有相同水平。

3、影响本法的几个重要因素

3.1 在规定的采样流量下，用微孔滤膜采样，采样效率接近 100%。

3.2 采样后，及时将滤膜取下，对折，装入纸袋或塑料袋中，避免样品损失。同时避免现场操作不当造成样品污染。

3.3 在被测元素钇浓度为 20μg/ml 时，小于 50μg/ml In、100μg/ml Fe、Mn、Zn、Ce、La、Mo、Cd、U、Pb 等元素不干扰测定。

4、可行性

本方法具有先进性，准确、可靠、灵敏。根据我国的实际情况，如仪器设备、采样器材等在有条件的实验室应用。

5、参考文献

[1] [苏]H.B.拉扎列夫等：工业生产中的有害物质手册，化学工业出版社，1986。

[2] NIOSH：Manual of analytical methods 2nd ed,7300。

[3] GBZ2-2002 工作场所有害因素职业接触限值。

[4] 王箴：化工辞典，化学工业出版社，1987，12。

[5] WS/T73-1996 车间空气中有毒物质测定研究规范。