

C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T160.83—2007

工作场所空气中有毒物质测定 铟类化合物

Methods for determination of Indium 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铟及其化合物(Indium 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、辽宁省职业病防治院。

本标准主要起草人:聂莉、伊萍、曲宁、宋力伟和史立新。

工作场所空气中有害物质测定

铟及其化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中铟及其化合物的火焰原子吸收测定方法
本标准适用于工作场所空气中气溶胶态铟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 火焰原子吸收测定方法

3.1 原理

空气中气溶胶态铟及其化合物用微孔滤膜采集，消解后，在 325.6nm 波长下，用乙炔—空气火焰原子吸收光谱法测定。

3.2 仪器

3.2.1 微孔滤膜，孔径 0.8 μ m。

3.2.2 采样夹， Φ 40mm。

3.2.3 小型塑料采样夹， Φ 25mm。

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 具塞刻度试管，10.0ml。

3.2.9 原子吸收分光光度计，配备乙炔—空气火焰燃烧器和铟空心阴极灯。

3.3 试剂

实验用水均为去离子水，用酸为优级纯或高纯。

3.3.1 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{g/ml}$ 。

3.3.2 硝酸溶液，1%（v/v）。

3.3.3 标准溶液：称取 0.1000g 金属铟（光谱纯），加 5ml 硝酸溶解煮沸赶尽氮氧化物后，用水稀释至 100ml。此溶液为 1.0mg/ml 标准储备液。临用前，用硝酸溶液稀释成 100 μ g/ml 铟标准溶液。或用国家认可的铟标准溶液配制。

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，进气口尽量接近呼吸带，以 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，除不连接空气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 硝酸, 盖上表面皿, 在电热板上加热 (140-160℃) 消解; 待微孔滤膜分解、硝酸基本挥发干时, 从电热板上取下, 用硝酸溶液溶解残渣, 并定量转移至刻度试管中, 稀释至 10.0ml 刻度。溶液供测定。若样品溶液中铟浓度超过测定范围, 可用硝酸溶液稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制: 取 6 支刻度试管, 依次加入 0.00、0.20、0.40、0.80、1.20、2.00ml 标准溶液, 用硝酸溶液稀释至刻度, 配制成 0.0、2.0、4.0、8.0、12.0 和 20.0μg/ml 铟标准系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件, 在 325.6nm 波长下, 用乙炔—空气火焰(贫燃气)测定标准系列。每个浓度重复测定 3 次, 以吸光度均值对铟浓度 (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。测得的样品吸光度值后, 由标准曲线得样品溶液中铟的浓度 (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:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \quad \dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——标准采样体积, L;

V ——采样体积, L;

t ——采样点的气温, °C;

P ——采样点的大气压, kPa

3.6.2 按式 (2) 计算空气中铟的浓度:

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

式中: C ——空气中铟的浓度, mg/m³;

c ——测得样品溶液中铟的浓度, μg/ml;

V_0 ——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 GBZ 159 规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限为 0.4μg/ml; 最低检出浓度为 0.05mg/m³ (以采集 75L 空气样品计)。测定范围为 0.4—20.0μg/ml; 相对标准偏差为 1.0—7.7%。

3.7.2 本法的采样效率为 99.9—100%。

3.7.3 样品也可采用微波消解方法。

3.7.4 在被测元素 In 浓度为 4.5μg/ml 时, 小于 60μg/ml Cu、60μg/ml Al、225μg/ml Mg、60μg/ml Zn 和 15μg/ml 磷酸不干扰测定。

工作场所空气中铟及其化合物的火焰原子吸收光谱测定方法

编制说明

1、国内外情况

1.1 铟及其化合物属低毒和微毒，可溶性铟毒性大于不溶性铟。铟离子是一种肾脏毒物，其作用类似汞，可引起肾近曲小管损害。大剂量时，还可引起肝脏局部坏死。可溶性铟化合物对皮肤和粘膜有刺激作用，可引起皮炎、角膜损害^[1]。由于铟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、英国等国家已制定了卫生标准，美国 ACGIH 限值为 $0.1\text{mg}/\text{m}^3$ （以铟计），并有相应的检测方法^[2]。我国于 2002 年制定了职业接触限值^[3]，PC-STEL 为 $0.3\text{mg}/\text{m}^3$ （以铟计），PC-TWA 为 $0.1\text{mg}/\text{m}^3$ （以铟计）。

1.2 我国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，了解铟及其化合物的浓度，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铟及其化合物浓度的监测方法。

2、采用本法的理由

2.1 铟是一种银色柔软金属，原子量 114.82，比重 7.3。熔点 155°C ，沸点 2000°C 。铟在地壳内分布很广，含量很低，多与其它金属共存于矿石内。工业上主要应用氧化铟、硫酸铟、硝酸铟、氯化铟及铟的合金。铟及其化合物广泛用于机械工业、仪器制造、半导体工业、玻璃工业和原子能工业等^[4]。

2.2 铟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，硝酸消解，火焰原子吸收光谱法测定，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 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。常温下，样品可长期保存。

3.3 在被测元素铟浓度为 $4.5\mu\text{g}/\text{ml}$ 时，小于 $60\mu\text{g}/\text{ml}$ 铜、 $60\mu\text{g}/\text{ml}$ 铝、 $225\mu\text{g}/\text{ml}$ 镁、 $60\mu\text{g}/\text{ml}$ 锌和 $15\mu\text{g}/\text{ml}$ 磷酸不干扰测定。

4、可行性

本方法是结合我国的实际情况，如仪器设备、采样器材和实验条件，容易掌握，适用性强，便于推广应用，即适合基层单位普遍应用又具有先进性的准确、可靠、灵敏的监测方法。

5、参考文献

[1] 工业毒理学，上海人民出版社，1977。

[2] NIOSH: Manual of analytical methods 2nd ed, 173。

[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。