

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.21—2004

工作场所空气有毒物质测定 铊及其化合物

Methods for determination of thallium and its compounds
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 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铊及其化合物[包括金属铊(Thallium)、氧化铊(Thallium oxide)等]的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时代替GB 16183—1996附录A。

本标准首次发布于1996年,本次是第一次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:陈震阳和杜立华。

工作场所空气有毒物质测定

铊及其化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中铊及其化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中铊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,其随后所有的修改单(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,其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 石墨炉原子吸收光谱法

3.1 原理

空气中可溶性气溶胶态铊及其化合物用微孔滤膜采集,酸洗脱后,在 276.7nm 波长下,用石墨炉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,滤料直径为 40mm。
- 3.2.3 小型塑料采样夹,滤料直径为 25mm。
- 3.2.4 空气采样器,流量 0~3L/min 和 0~10L/min。
- 3.2.5 具塞刻度试管,10ml。
- 3.2.6 原子吸收分光光度计,配备石墨炉原子化器和铊元素空心阴极灯。

仪器操作参考条件

干燥:80~120 $^{\circ}$ C,20s;120 $^{\circ}$ C,10s;

灰化:120~300 $^{\circ}$ C,20s;300 $^{\circ}$ C,10s;

原子化:1 800 $^{\circ}$ C,5s,停气;

清除:2 400 $^{\circ}$ C,2s。

3.3 试剂

实验用水为去离子水,用酸为优级纯或高纯。

- 3.3.1 硝酸, $\rho_{20}=1.42\text{g/ml}$ 。
- 3.3.2 硫酸溶液,0.5%(v/v)。
- 3.3.3 铊标准溶液:精确称取 0.1147g 碳酸铊(含量 99.99%),溶于少量硝酸中,定量转移到 100ml 容量瓶中,并稀释至刻度,配制成 1.0mg/ml 铊标准贮备液。临用前,用 0.5%硫酸溶液稀释成 1.0 μ g/ml 铊标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 3.4.1 短时间采样:在采样点,将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:在采样点,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采样对象的前胸上部,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:将装好微孔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 2 次,放入具塞刻度试管中运输和保存。在室温下,样品至少可保存 15d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:向装有滤膜的具塞刻度试管中加入 0.5%(v/v)硫酸溶液,强烈振摇,放置 5min,取上清液,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用 0.5%(v/v)硫酸溶液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:在 6 只具塞刻度试管,分别加入 0.00、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50ml 铊标准溶液,各加 0.5%(v/v)硫酸至 5.0ml,配成 0.00、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 铊标准系列。参照仪器操作条件,将原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件,使用背景校正,在 276.7nm 波长下,进样 20 μl ,分别测定标准系列;每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对铊浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)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和样品空白溶液,测得的样品吸光度值后,由标准曲线得铊浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

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

式中:

V_0 ——标准采样体积,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样点的温度, $^{\circ}\text{C}$;

P ——采样点的大气压,kPa。

3.6.2 按公式(2)计算空气中铊的浓度:

$$C = \frac{5c}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——空气中铊的浓度, mg/m^3 ;

5——样品溶液的体积,ml;

c ——测得样品溶液中铊的浓度(减去样品空白), $\mu\text{g}/\text{ml}$;

V_0 ——标准采样体积,L。

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 0.01 $\mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度为 0.0007 mg/m^3 (以采集 75L 空气样品计)。测定范围为 0.01~0.10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

3.7.2 操作中不能使用盐酸或高氯酸,灰化温度不能超过 300 $^{\circ}\text{C}$,因铊为易挥发元素。