

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.85—2007

工作场所空气有毒物质测定 碘及其化合物

Determination of iodine and its compounds
in the air of workplace

2007-06-13 发布

2007-11-30 实施



中华人民共和国卫生部 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

本标准代替 GBZ/T 160.85—2004,自本标准实施之日起 GBZ/T 160.85—2004 同时废止。

本标准的名称改为工作场所空气有毒物质测定碘及其化合物。

本标准由卫生部职业卫生标准专业委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

本标准主要起草人:黄传峰、闫慧芳。

工作场所空气有毒物质测定 碘及其化合物

1 范围

本标准规定了检测工作场所空气中碘及其化合物浓度的测定方法。

本标准适用于工作场所空气中以蒸气态存在的碘及其化合物浓度的测定。

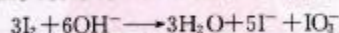
2 规范性引用文件

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 原理

工作场所空气中的碘蒸气用碱性炭管采集,碘与碱反应生成碘离子。反应方程式如下:



用碳酸氢钠溶液解吸活性炭上的碘离子后进样,经离子色谱柱分离后,用电导型电化学检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

4 仪器

4.1 碱性活性炭管:溶剂解吸型,内装 100mg/50mg 活性炭。

4.2 空气采样器:流量 0mL/min~1 000mL/min。

4.3 溶剂解吸瓶:5mL。

4.4 自动进样小瓶:10mL。

4.5 离子色谱仪,电导型检测器。

仪器操作参考条件:

色 谱 柱:4mm×250mm,HC;

柱 温:室温;

流 动 相:水,在线流动相产生装置,氢氧根浓度为 30mmol/L;

流 量:1.0mL/min;

检测器电流:75mA。

5 试剂

实验用水为去离子水,试剂均为优级纯。

5.1 碘化钾。

5.2 碳酸氢钠。

5.3 氢氧化钠。

5.4 解吸液:准确称取 0.8480g 碳酸氢钠,用 400mL 水溶解,此为 20mmol/L 碳酸氢钠溶液。

5.5 碘离子标准溶液:准确称取 0.1308g 碘化钾,用水溶解并定量转移至 100mL 容量瓶中,并定容至刻度,为 1 000μg/mL 的碘离子标准溶液。或国家认可的碘离子标准溶液。

6 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ159 执行。

- 6.1 样品采集:在采样点,打开活性炭管两端,以 500mL/min 流量采集 15min 空气样品。
6.2 样品空白:将活性炭管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭活性炭管两端,置清洁容器内运输和保存,尽快送至实验室分析。样品在室温下可以保存 7d。

7 分析步骤

7.1 样品处理:将采集后的活性炭前后段分别倒入溶剂解吸瓶中,分别加入 2.0mL 解吸液,封闭后,不时振摇,解吸 30min,解吸液经过滤后供测定。若样品中碘离子浓度超过测定范围,可用解吸液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

7.2 标准曲线的绘制:用去离子水配制碘离子溶液浓度为 0.0 μ g/mL、0.50 μ g/mL、1.0 μ g/mL、4.0 μ g/mL、6.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL 和 20.0 μ g/mL 碘离子标准系列;参照仪器操作条件,将离子色谱仪调节至最佳测定状态,分别进样 25.0 μ L,测定各标准系列。以测得的峰面积或峰高对碘离子浓度(μ g/mL)绘制标准曲线或计算回归方程。

7.3 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,测得的样品峰高或峰面积值后,由标准曲线或回归方程得碘离子浓度(μ g/mL)。

8 计算

8.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

$$V_0 = V_t \times \frac{293}{273+t} \times \frac{p}{101.3} \quad (1)$$

式中:

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

V_t ——在温度为 t 、大气压为 p 时的采样体积的数值,单位为升(L);

t ——采样点温度数值,单位为摄氏度($^{\circ}$ C);

p ——采样点的大气压力数值,单位为千帕(kPa)。

8.2 按式(2)计算空气中碘的浓度。

$$c = 1.2 \frac{(c_1 + c_2) \times V}{V_0} \quad (2)$$

式中:

c ——空气中碘的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——分别为测得前后段解吸液中碘离子的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

1.2——为碘离子换算为碘的系数;

V ——解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L)。

9 说明

9.1 本法的检出限为 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (碘离子),碘的最低检出浓度为 0.3 mg/m^3 (以采集 7.5L 空气样品计)。本法的平均加标回收率为 108%,相对标准偏差为 1.8%~3.1%。

9.2 本法的穿透容量约为 120 μg 。

9.3 碱性活性炭制备:将活性炭置于 1mol/L 的氢氧化钠溶液浸泡 4h,取出活性炭于 100 $^{\circ}$ C 条件下烘烤至干。

9.4 本法流动相的配比和流量应根据所用仪器和色谱柱作适当调整,以达到合适的保留时间和良好的

分离。本法可使用相应的色谱柱。

9.5 工作场所空气中共存有碘化物共存时,应在活性炭管前串联聚四氟乙烯微孔滤膜去除干扰,但本法不能去除碘化氢的干扰;氟、氯、溴、硝酸根、硫酸根等常见离子可以与碘离子完全分开,不影响碘离子的测定。

9.6 碘离子的标准色谱参考图见图1。

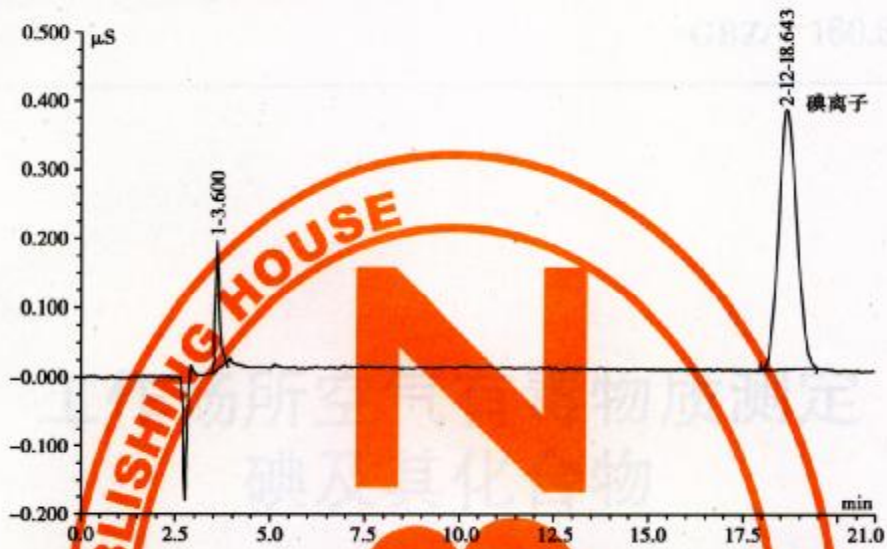


图1 碘离子的色谱图
碘离子出峰时间:18.643min