

原子吸收光谱法测定车间空气中的铅

王 克

(青岛市李沧区疾病控制中心 山东 青岛 266100)

摘 要 样品用带微孔滤膜的尘毒采样仪采样,以硝酸—高氯酸消解后,用 石墨炉原子吸收光谱法测定车间空气中的铅

关键词 车间空气 铅 石墨炉原子吸收光谱法

1 前言

铅是一种不溶解的环境污染物,在环境中可长期蓄积,通过食物链、水及空气进入人体。吸 收进入血液后主要以磷酸氢铅 $[PbHPO_4]$ 、铅与蛋白质的复合物及铅离子等形式存在,以 磷酸氢铅为主。以后逐渐溶解为正磷酸铅 $[Pb_3(PO_4)_2]$,沉积于骨组织,在软组织 中肝、肾、脑铅含量较高;血中铅95%分布于红细胞中。当人体缺钙或食入酸碱性药物而使 血液酸碱平衡改变时,铅可再形成可溶性磷酸氢铅而进入血液,引起内源性中毒。其在体内 的半减期为2-20年。体内铅大部分经肾脏排出,小部分随粪便、乳汁、唾液等排出。长期铅 接触慢性中毒可能影响机体多种功能,比较重要的是损害造血系统、神经系统、肾脏等;而 急性中毒时,可出现口有金属味、流涎、呕吐、便秘或腹泻、阵发性腹绞痛,严重时出现痉 挛、抽搐、瘫痪、昏迷和循环衰竭。在采矿、冶金、电镀、焊接、铅粉、蓄电池、玻璃生产 等产业中,均向大气中排出铅。

2 实验

2.1 仪器与试剂

TAS-986原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器公司)铅空心阴极灯(北京威格拉斯仪器公司)尘毒两用采样仪及微孔滤膜(北京劳动保护科学研究所)

硝酸、高氯酸均为优级纯

铅标准使用液:用 $0.5\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸溶液逐级稀释为 $100\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$

2.2 样品的预处理

2.2.1 样品的采集 工厂、冶炼厂借尘毒两用采样仪用微孔滤膜以 $5\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的速度采样,时间为5~15min,在现有的仪器条件下,所用时间应能确保铅的测出。

2.2.2 样品的处理 将采过样的微孔滤膜放入高型烧杯中,加入5mL (1+9)高氯酸-硝酸,盖 上表面皿,放在电沙浴上加热消解,温度保持在 $150\sim 180^\circ\text{C}$ 之间,待溶液澄清后,继续加热 3~5min,移开表面皿,于 150°C 以下挥干,用5mL $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸洗涤烧杯数次,洗 涤液移入容量瓶中,用水定容至50mL,按表1条件测定。

2.3 样品测定

标准曲线

石墨炉原子吸收光度法测铅的曲线范围为 $0\sim 40\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$,标准曲线见表1

表1 标准序列表

序号1234

浓度($\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$)0.010.0 20.040.0

吸光度0.0000.0170.0320.069

由以上标准系列得出的标准曲线

$y=a+bx$

$Y=1.932\times 10^3c-6\times 10^{-4}$

$r=0.9992$

石墨炉原子吸收光谱的分析条件见表2

表2 石墨炉原子吸收光谱法测铅条件

测定元素Pb

波长 (nm)283.3

灯电流 (mA)2.0

光谱带宽 (nm)0.4

干燥温度 (℃)110

干燥时间 (s)25

灰化温度 (℃)450

灰化时间 (s)25

原子化温度 (℃)2100

原子化时间 (s)3

清除温度 (℃)2300

清除时间 (s)2

3 结果与讨论

3.1 空白实验

微孔滤膜虽然金属本底值较低，但同一牌号的产品由于批次的不同，铅的含量也不尽相同，故仍须做空白实验，约在2~5ng.mL-1之间。

3.2 方法的精密度

本法采用在一定条件下对同一采集样品多次测定的结果与平均值偏离的程度即相对标准偏差来量化方法的精密度，用前述方法采集样品、消解样品、定容样品后，分别于当天分两次测定，每次做4份平行样，得8次结果进行测算，最后的结果为7.2%。

3.3 方法的准确度

本法采用在样品中加入标准物质后测其回收率的方法来确定准确度。结果见表3。

表3 回收率的测定(mg.m-3)

序号1234

原样品0.0120.0110.0150.011

加入标物0.0200.0120.0240.026

加标样品0.0300.0240.0370.034

回收率(%)90.0108.391.788.5

3.4 方法的检出限

通过实验，本方法铅的检出限为6ng.mL-1。

3.5 化学改进剂

本实验试用了磷酸二氢铵作为化学改进剂，结果使10ng.mL-1铅标准液的吸光度由原

来的500℃升至800℃，使与铅形成化学性干扰的部分共存物，因形成挥发性较大的铵盐，在高温作用下逸出从而消除了这部分干扰。

参 考 文 献

[1]《工作场所有害物质监测方法》 徐伯洪 闫慧芳主编中国人民公安大学出版社 2003年49

[2]《车间空气监测检验方法》 中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所主编 北京人民卫生出版社 1990年11

[3]《现代食品卫生学》 陈炳卿 刘志诚主编

[4]《应用原子吸收与原子荧光光谱分析》 邓勃主编 北京化学工业出版社 2003年598

[5]《食品卫生理化检验标准手册》 杨惠芬 李明元 沈文主编 北京中国标准出版社 1998年18