

岛津应用数据集

●光谱分析

No. ICPE-9000

ICP-AES法测定工作场所空气中的有害元素

摘要: 参考《工作场所空气有毒物质测定》GBZ/T 160.10-2004、GBZ/T 160 5-2004、GBZ/T 160.13-2004和GBZ/T 160 25-2004方法标准, 使用ICP-AES法分别测定了质控滤膜GBW(E) 080211和GBW(E) 080212中的铅、镉、锰、锌含量。实验结果表明, 铅、镉、锰、锌线性关系及重复性良好, 质控滤膜测定结果与标定值吻合, 各元素的方法检出限良好。该方法快速高效, 定量准确, 适用于工作场所空气中重金属浓度的监测、评价、管理及职业卫生监督检查等。

关键词: ICP-AES 滤膜 工作场所 空气 粉尘 职业接触 有害元素

2012年3月6日, 国家安全生产监督管理总局通过了《工作场所职业卫生监督管理规定》。工作场所空气粉尘中的有害元素经呼吸道、消化道、皮肤等吸收, 对人体产生局部刺激和全身毒害作用, 可在体内蓄积, 依其浓度、溶解性、毒性的大小而造成急慢性职业中毒。国家职业卫生标准 GBZ 2.1-2007《工作场所所有

害因素职业接触限值 化学有害因素》严格规定了工作场所所有有害因素的职业接触限值。本文参考 GBZ/T 160.10-2004、GBZ/T 160 5-2004、GBZ/T 160.13-2004、GBZ/T 160 25-2004方法标准, 使用 ICP-AES 法分别测定了质控滤膜 GBW(E) 080211- GBW(E) 080212 中的铅、镉、锰、锌含量。

表 1 工作场所空气中铅、镉、锰和锌化学物质容许浓度

有害物质名称	OELs (mg/m ³)		
	MAC	PC-TWA	PC-STEL
铅尘	-	0.05	-
铅烟	-	0.03	-
镉及其化合物 (按 Cd 计)	-	0.01	0.02
锰及其化合物 (MnO ₂ 计)	-	0.15	-
氯化锌烟	-	1	2
氧化锌烟	-	3	5

OELs: 职业接触限值; MAC: 最高容许浓度; PC-TWA: 时间加权平均容许浓度;

PC-STEL: 短时间接触容许浓度

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 等离子体发射光谱仪

仪器稳定后, 按表 2 仪器工作条件测定。

表 2 仪器工作条件

观测方向	等离子体气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	矩管类型	雾化器	雾化室
轴向/纵向	10	0.6	0.7	27.12	1.2	Mini	同心	旋流

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HClO₄、HNO₃ 均为优级纯, 实验用水为超纯去离子水。质控滤膜标准品 GBW(E) 080211 和 GBW(E) 080212 (中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所)。

1.3 样品的前处理

将质控滤膜置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入高氯酸: 硝酸混合酸 (1: 9) 溶液 5 mL, 盖上表面皿, 在电热板上加热。温度控制在 200℃ 左右, 待消化液基本挥发干时, 取下稍冷用 1% 的硝酸溶解残渣并转移至容量瓶中, 去离子水定容至 25 mL, 待测。

1.4 仪器参数和分析线的选择

根据表 2 制备 Cd、Pb、Mn 和 Zn 元素的混合标准溶液, 含 1% 硝酸。

表 3 不同元素标准曲线浓度

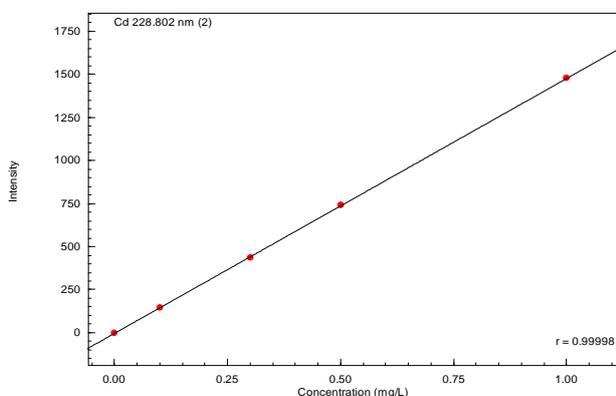
元素	标准曲线浓度 (mg/L)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cd**	0	0.10	0.30	0.50	1.00
Pb*	0	0.10	0.30	0.50	1.00
Mn**	0	0.50	1.00	3.00	5.00
Zn**	0	1.00	3.00	5.00	15.00

*: 轴向观测 **: 纵向观测

2. 结果与讨论

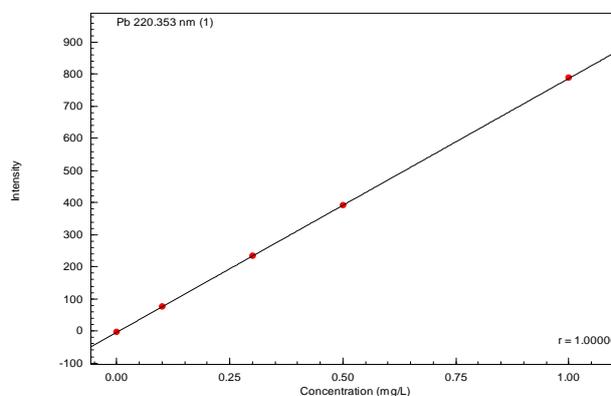
2.1 标准曲线与轮廓图

各元素的标准曲线如下:



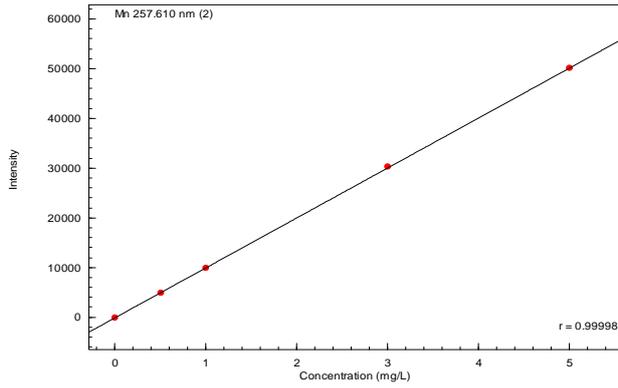
R=0.99998

图 1 镉的标准曲线



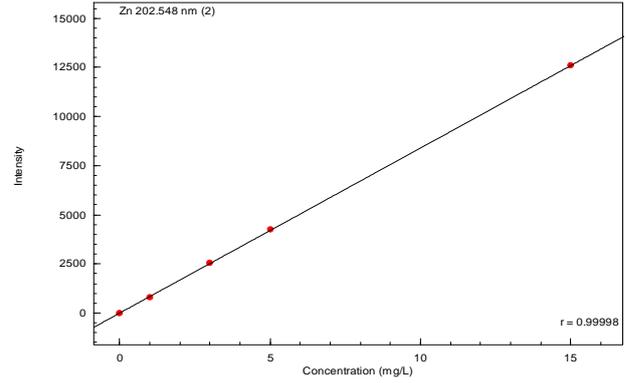
R=1.00000

图 1 铅的标准曲线



R=0.99998

图3 锰的标准曲线



R=0.99998

图4 锌的标准曲线

2.2 各元素谱峰轮廓图

各元素的轮廓图如下：

Cd 228.802 Best

条件2

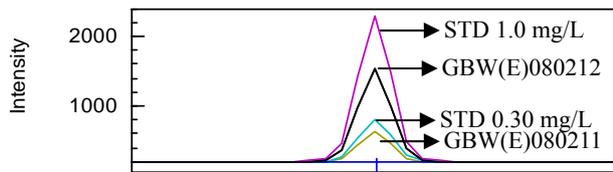


图5 镉的谱峰轮廓

Pb 220.353 Best

条件1

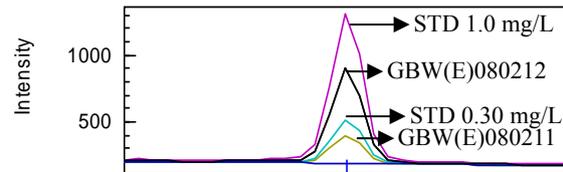


图6 铅的谱峰轮廓

Mn 257.610 Best

条件2

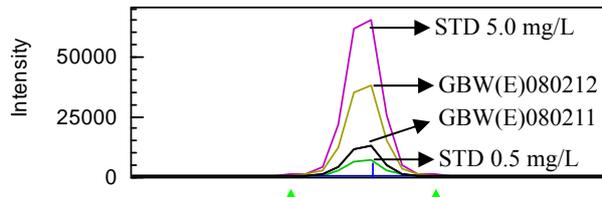


图7 锰的谱峰轮廓

Zn 202.548 Best

条件2

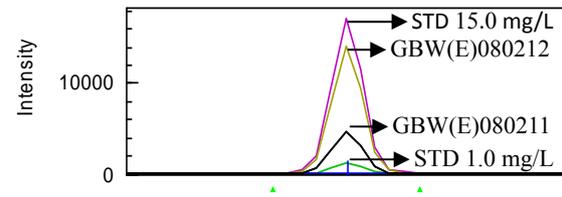


图8 锌的谱峰轮廓

2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 4。

表 4 各元素的检出限

元素名称	Cd	Mn	Pb	Zn
检出限 (μg/L)	0.21	0.07	2.0	0.24

2.4 质控滤膜标准品测定结果及标准值

按实验方法对 GBW(E) 080211- GBW(E) 080212 质控滤膜样品进行分析，分析结果见表 5。

表 5 质控滤膜 GBW(E) 080211 和 GBW(E) 080212 测定结果及标准值

元素名称	Cd	Mn	Pb	Zn
测定结果 (µg/张)	5.45	23.45	4.85	106
GBW(E) 080211 (µg/张) 标准值	5.6±0.2	23±1	4.8±0.3	110±4
RSD (%)	1.99	0.58	0.21	0.93

元素名称	Cd	Mn	Pb	Zn
测定结果 (µg/张)	16.70	71.50	14.30	305
GBW(E) 080212 标准值 (µg/张)	17.7±1.0	72±4	14.5±0.8	295±11
RSD (%)	0.28	0.44	0.90	0.32

3. 结论

本文参考《工作场所空气有毒物质测定》GBZ/T 160.10—2004、GBZ/T 160 5—2004、GBZT 160.13-2004 和 GBZT 160 25-2004 方法标准，使用 ICP-AES 法分别测定了质控滤膜 GBW(E) 080211 和 GBW(E) 080212 中的铅、镉、锰、锌含量。实验结果表明，铅、镉、锰、锌线性关系及重复性良好，质控滤膜测定结果与标定值吻合，各元素的方法检出限良好。该方法快速高效，定量准确，适用于工作场所空气中重金属浓度的监测、评价、管理及职业卫生监督检查等。