

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

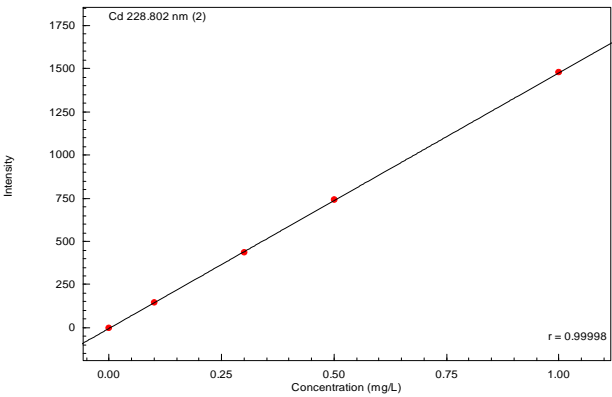
元素	标准曲线浓度（mg/L）				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cd**	0	0.10	0.30	0.50	1.00
Pb*	0	0.10	0.30	0.50	1.00
Mn**	0	0.50	1.00	3.00	5.00
Zn**	0	1.00	3.00	5.00	15.00

*：轴向观测 **：纵向观测

2. 结果与讨论

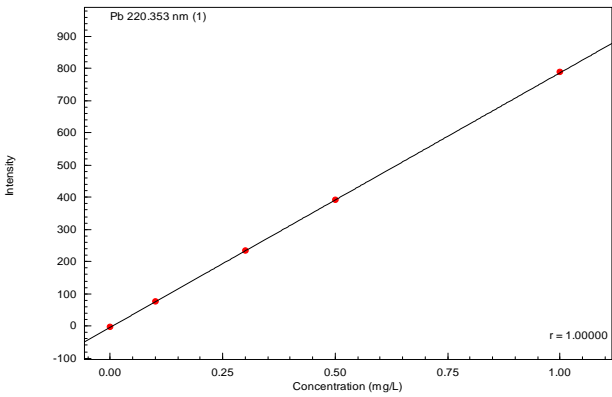
2.1 标准曲线与轮廓图

各元素的标准曲线如下：



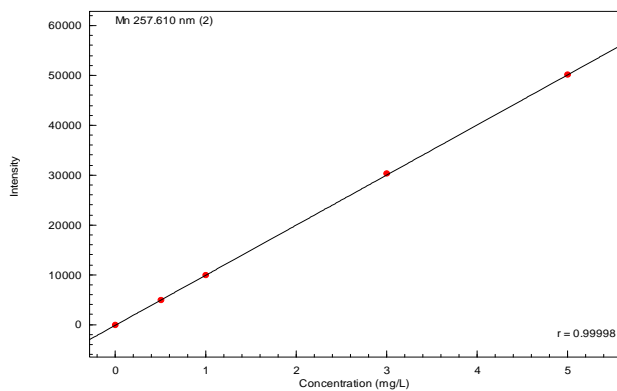
R=0.99998

图 1 镉的标准曲线

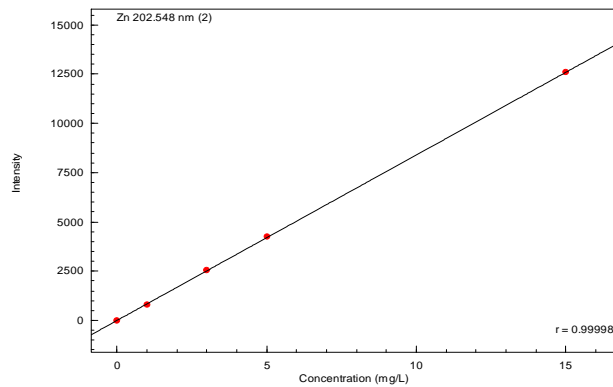


R=1.00000

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

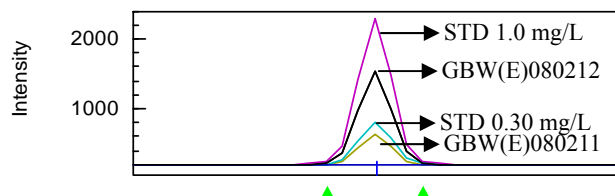


图 5 镉的谱峰轮廓

Pb 220.353 Best

条件1

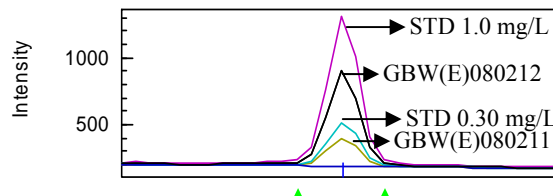


图 6 铅的谱峰轮廓

Mn 257.610 Best

条件2

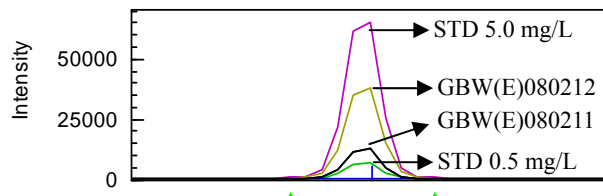


图 7 锰的谱峰轮廓

Zn 202.548 Best

条件2

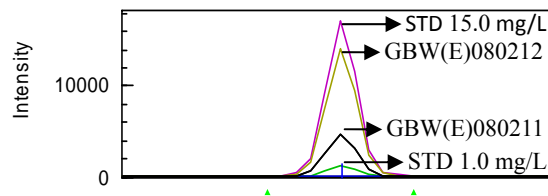


图 8 锌的谱峰轮廓

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。