



客户文章分享

ICP-OES

作者:

李敏

疾病预防控制中心
北京市西城区

ICP-OES 法与 AAS 法 在质控滤膜多金属测定中的 应用比较

摘要

目的 比较分析两种方法在滤膜金属检测中的应用，评价两种方法的实用性和可靠性。

方法 分别用两种方法对质控滤膜中的铅、镉、锰、锌进行检测，检测结果采用统计学分析。

结果 对两种方法最低检出限、测定下限进行比较，ICP-OES 法均低于 AAS 法，两种方法测定滤膜样品结果经 t 检验 $P > 0.05$ ，呈高度相关。

结论 两种方法检测结果呈高度相关。其中 ICP-OES 法灵敏度高于 AAS 法，且仪器操作简便，分析速度快，可多种元素同时测定，线性范围宽，结果准确可靠，更适用于大批量样品的检验。

电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)是近 10 年来发展迅速的一种元素分析方法,具有多元素同时测定能力,操作方便快捷,线性范围宽,精密度高,准确性好,检出限低,灵敏度高等优点。目前对工作场所空气中的有毒物质铅、锰、镉的检测通常采用的方法为火焰原子吸收光谱测定法(AAS)。此方法存在元素需逐个分析,操作繁琐,分析周期长,消耗试剂量较大,线性范围窄,检出限高,灵敏度低等缺点。本文同时将以上两种方法应用于滤膜中铅、锰、镉等多种金属的测定,比较评价两种方法的实用性和可靠性。对作业场所空气中金属快速准确的测定具有重要意义。

1.材料与方法:

1.1 仪器: 日立 Z-2300 原子吸收分光光度计(日立公司)

空心阴极灯(北京有色金属研究院)

美国 Perkin-Elmer 公司 Optima7000DV 电感耦合等离子发射光谱仪

同心雾化器,旋流喷雾室(美国 PE 公司)

DTD-40 型消解仪(北京中卫食品卫生科技公司)

1.2 试剂:

1.2.1 高氯酸(GR): 硝酸(BVⅢ)混合酸(1:9)。

1.2.2 硝酸溶液(1%): 量取硝酸(BVⅢ) 10 ml,小心倒入水 990ml 中。混匀。

1.2.3 标准溶液: 单元素标准溶液(1000 mg/L):Mn, Zn, Pb, Cd,购于国家标准物质中心。

1.2.4 质控滤膜: 职业卫生检测质量控制标准物质: 滤膜铅、镉、锰、锌GBW(E) 080211- GBW(E) 080212, 购于中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

1.3 标准曲线的配制:

ICP-OES 法具有同时测定多种元素的能力,测定中使用多元素混和标准溶液。混合标准溶液的浓度按表1配制。AAS法由单元素标准溶液逐级稀释到以下浓度再分别测定。标准溶液的稀释液与样品定容液一致均为 1%的硝酸溶液。

表1 混合标准溶液的浓度

元素	标1	标2	标3	标4	标5
Mn, Zn (mg/L)	0.20	0.50	1.00	2.00	3.00
Cd, Pb (mg/L)	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

1.4 仪器参数:

表2 电感耦合等离子体发射光谱法测定条件

等离子体流量 (L/min)	辅助流量 (L/min)	雾化气流量 (L/min)	射频功率 (W)	试样流量 (mL/min)	测量时间 (s)
13.0	0.20	0.80	1300	1.50	1-5

表3 火焰原子吸收法测定条件

元素	波长 (nm)	带宽 (nm)	灯电流 (mA)	燃烧器高度 (mm)	空气-乙炔流量 (L/min)
Pb	283.3	1.3	7.5	7.5	2.2
Cd	228.8	1.3	7.5	5.0	2.0
Zn	213.9	1.3	5.0	7.5	2.0
Mn	279.5	0.4	5.0	5.0	2.2

1.5 样品处理及分析步骤

将质控滤膜、本底滤膜、加标回收滤膜置于 50mL 烧杯中,加入(1: 9)混酸溶液 5mL ,盖上表面皿,在消解仪上加热。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,并转移至刻度试管中定容至 25 mL 待测。按设定好的仪器工作条件,将标准溶液及消解定容的各溶液分别导入仪器中测定。仪器自动绘制标准曲线并计算分析结果。

2. 结果与讨论

2.1 两种方法检出限及测定下限的比较:

检出限及测定下限的计算,根据《工作场所有害物质监测方法》中规定:在最佳测试条件下,以重复多次(至少10次)测定的约等于5倍预期测定下限浓度的含基体待测物标准溶液吸光度的3倍标准差,所对应的待测物浓度或含量作为检出限值;以10倍标准差所对应的待测物浓度或含量作为测定下限值。本实验测定并计算检出限及测定下限见表4:

表4 两种方法检出限和测定下限(mg/L)

元素	AAS 分析谱线	检出限		测定下限	
		ICP-OES	AAS	ICP-OES	AAS
Pb	220.353	0.004	0.02	0.013	0.07
Cd	228.802	0.0004	0.005	0.0013	0.017
Mn	206.200	0.0005	0.004	0.0017	0.013
Zn	257.610	0.0007	0.006	0.0023	0.02

2.2 两种方法准确度及精密度比较:

将购于中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所的质控滤膜铅、镉、锰、锌标准物质[GBW(E) 080211及 GBW(E) 080212]按上述实验条件和方法分别进行测定, 比较两种方法的准确度及精密度, 结果见表5。

表5 准确度及精密度比较

元素	GBW(E) 080211			GBW(E) 080212		
	标准值及不确定度	ICP-OES测定值	AAS测定值	标准值及不确定度	ICP-OES测定值	AAS测定值
Pb	5.5±0.3	5.5±0.2	5.5±0.3	14.9±0.8	14.9±0.6	14.9±0.6
Cd	5.5±0.2	5.5±0.2	5.5±0.2	16.8±1.0	16.8±0.6	16.8±0.7
Mn	22±1	22±0.5	22±0.6	66±4	66±1.5	66±2
Zn	105±4	105±2	105±3	304±11	304±3.4	304±4.1

两种方法所测质控样品的测得值与标准值比较, 均在允许误差范围之内, 两种方法的测定结果经统计学处理, 配对 t 检验, $P > 0.05$ 。精密度测定结果见表6:

表6 精密度测定结果

元素	测定次数	GBW(E) 080211 测定RSD%		GBW(E) 080212 测定RSD%	
		ICP-OES	AAS	ICP-OES	AAS
Pb	6	94.2	93.2	95.1	94.2
Cd	6	95.5	94.8	94.3	94.5
Mn	6	97.1	97.2	96.4	97.4
Zn	6	97.3	98.1	95.7	98.1

2.3 两种方法分析结果比较:

将本底滤膜、加标回收滤膜按上述实验条件和方法分别进行测定, 比较两种方法测定结果见表7:

表7 两种方法测定结果比较

元素	加标量 (mg/L)	加标测定值 (mg/L)		回收率 (%)	
		ICP-OES	AAS	ICP-OES	AAS
Pb	0.6	0.6±0.04	0.6±0.05	94.7	94.2
Cd	0.6	0.6±0.03	0.6±0.03	96.3	102.5
Mn	1.2	1.2±0.04	1.2±0.03	98.8	97.4
Zn	1.2	1.2±0.05	1.2±0.06	102.6	103.1

两种方法的测定结果经统计学处理, 配对 t 检验, $P > 0.05$ 。

2.4 结论:

由上述实验数据可见ICP-AES法与AAS法, 测定工作场所空气中的金属元素铅、锰、镉、锌数据都为准确可靠, 从方法的精密度、灵敏度、检出限比较来看, ICP-AES法更为优越。同时ICP-AES法能多元素同时测定, 可省时、省力, 简化了工作程序, 提高了工作效率。

参考文献

- [1] GBZ/T160-2004 中华人民共和国国家职业卫生标准.
- [2] 徐伯洪, 阎慧芳. 工作场所有害物质监测方法[M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 2003. 39~41.

PerkinElmer, Inc.

大中华区总部
地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号
邮编: 201203
电话: (021) 3876 9510
传真: (021) 387 91316
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问 <http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利, 恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。