

工作场所空气中二氧化锡的电感耦合等离子体发射光谱测定法

唐磊 匡必玲* 成都市成华区疾病预防控制中心 (四川 成都 610057)

文章编号: 1006-6586(2018)13-0027-02 中图分类号: R197.39 文献标识码: A

内容摘要: 目的: 建立电感耦合等离子体发射光谱法测定工作场所空气中二氧化锡的方法。方法: 空气样品用微孔滤膜采集, 石墨消解后用电感耦合等离子体发射光谱法测定锡的浓度。结果: 锡元素在 0.2~100mg/L 时该方法具有良好的线性关系, 相关系数 >0.999, 空气中二氧化锡的检出限为 0.016mg/m³ (以采样量 75L 计算), 相对标准偏差为 1.31%, 采样效率为 97.4%, 加标回收率为 98.2%。结论: 电感耦合等离子体发射光谱法测定工作场所空气中二氧化锡的方法线性范围宽, 检出限低, 灵敏度好, 准确度高, 操作简便、快捷, 可用于工作场所空气中二氧化锡的测定。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法 空气 二氧化锡

Determination of Stannic Anhydride in Air of Workplace by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

TANG Lei KUANG Bi-ling* Chenghua District Chengdu Center for Disease Control and Prevention (Sichuan Chengdu 610057)

Abstract: *Objective:* To establish a method for determination of stannic anhydride in air of workplace by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry(ICP-AES). *Methods:* Air samples were collected by micropore filters and digested by hotblock. The sample solutions were determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry(ICP-AES). *Results:* The linear range of tin element was 0.2~100mg/L, the correlation coefficient was more than 0.999, the lowest detectable concentration was 0.016mg/m³ (counted by 75 L sampled air) for air samples, the relative standard deviation was 1.31%, the sampling efficiency was 97.4%, and the rate of recovery was 98.2%. *Conclusion:* The method has wide linear range, low detection limit, high sensitivity, high accuracy and simple operation. It can be applied to the determination of stannic anhydride in the air of workplace.

Key words: inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, air, stannic anhydride

二氧化锡是一种优秀的透明导电材料, 被广泛应用于高档光学玻璃的熔炼以及电解铝行业。吸入二氧化锡烟尘会导致机械性刺激呼吸道, 长期吸入则会形成锡肺(锡末沉着症), 危害从业人员健康。目前常用于测定空气中二氧化锡的方法主要是火焰原子吸收光谱法、氢化物-原子荧光法、分光光度法和碘酸钾滴定法等几种化学方法^[1,2]。但是这几种方法易受到干扰, 重现性、灵敏度都比较差且操作繁琐, 在实际检测工作中难以满足需求。电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定空气中二氧化锡具有检出限低、灵敏度高、准确度高和抗干扰性强等优点, 可以有效地弥补国标方法的不足, 从而提高检测质量和效率。

1. 材料与方法

1.1 一般材料

原理: 空气中二氧化锡用微孔滤膜采集, 经石墨消解成溶液后由超雾化装置变成气溶胶进入等离子体焰分解成激发态的原子、离子状态, 激发态的粒子回到稳定的基态时要放出一定的能量, 其光谱强度与二氧化锡的含量在一定范围内成正比, 与标准系列比较定量。

仪器和试剂: ①微孔滤膜(孔径 0.8μm), 采样夹(滤料直径 40mm), 空气采样器(流量 0~10L/min), ICP-6800 电感耦合等离子体发射光谱仪; GD20 型石墨消解仪; chorus 型超纯水机。②锡标准溶液(100mg/L), 硝酸(GR)。③实

收稿日期: 2018-01-15

作者简介: 唐磊, 主管检验技师, 理化检验方向; 匡必玲, 通讯作者, 成都市成华区疾病预防控制中心。

验用玻璃器皿均使用20%硝酸浸泡过夜。

1.2 方法

1.2.1 样品采集

按照国家职业卫生标准 GBZ 159-2004 对工作场所空气的采样要求,使用0.8μm微孔滤膜以5L/min的速度采集15min空气样品,将接尘面朝里对折2次的滤膜保存于采样袋内,并记录下当时温度及大气压。空白样品为采样滤膜,其余操作与样品一致。

1.2.2 样品前处理

将采样后的样品及空白样品置于石墨消解罐中,加4mL浓硝酸后于180°C的电热板上加热消解至滤膜完全溶解,待黄烟消失后取下放冷至室温,纯水定容至5mL。

1.2.3 仪器条件

测量波长是影响测量结果的主要因素,本次实验分别测量了锡元素在189.927nm、235.485nm、283.998nm、242.170nm的光谱强度,发现在235.485nm下线性最好,检出限最低,因此选定测量波长为235.485nm。仪器操作条件见表1。

1.2.4 标准曲线的绘制

标准曲线用2%硝酸溶液配制,浓度序列为0、0.500、1.00、2.00、5.00、10.00、20.00、100.00mg/L,使用线性回归法以光谱强度值对锡含量(mg/L)绘制标准曲线。

1.2.5 样品测定

将仪器参数调至最佳化后,依次测定标准空白、标准溶液、样品空白和样品溶液,制作标准工作曲线,并依此计算检测结果。

1.2.6 结果计算

$$X=(C_1-C_0) \times 5 \times 1.28/V_0$$

式中: X—空气中金属含量(mg/m³); C₁—样品中金属含量(mg/L); C₀—空白中金属含量(mg/L); V₀—校正后标准采样体积(L); 1.28—锡与二氧化锡的换算因子。

2. 结果

2.1 标准曲线、检出限及线性范围

将标准系列按照1.2.3仪器条件进行测定,在锡0.2~100mg/L的浓度范围内,有良好的线性关系,线性回归方程 $I_f=69.227 \times c-7.674$,相关系数 $r=0.9998$ 。检出限

表 1. 仪器操作条件

项目名称	参数	项目名称	参数
功率	1300W	观测距离	15.0
等离子体	15.0L/min	试样流量	1.5mL/min
辅助	0.2L/min	采集峰点数	7
雾化器	0.55L/min	采集次数	3
测量波长	235.485nm	冷却水温度	22°C

表 2. 解吸效率实验

m ₁	m ₂	K(%)
122.1	2.2	98.2
121.6	3.6	97.1
117.8	6.2	95.0
123.9	1.7	98.6
122.7	1.9	98.5
119.3	3.5	97.1

LOD=0.19mg/L(以重复测定试剂空白11次后计算的标准偏差的3倍确定)。

2.2 解吸效率实验

将两个滤膜串联,按1.2.1采集样品,采样6次,由1.2方法测定二氧化锡的含量,计算平均采样效率为97.4%,见表2。

2.3 方法精密度

重复进样6次测定标准曲线范围内的高中低3个浓度(1、10、20mg/L),计算得RSD(%)值分别为1.76、1.36、0.82。

2.4 方法准确度

测定样品溶液和分别加入了低中高(1、10、20mg/L)3个浓度标准溶液的加标溶液,计算得加标回收率分别为98.7%、98.2%、97.6%。

2.5 干扰试验

分别加入100倍的Ca、Hg、Pb、Mg、Mn、Cr、Fe、Al、Cu、Cd、As元素至浓度为10mg/L的锡标准溶液中,测定加入前后的光谱强度变化仅有1.5%,说明此方法具有很好的选择性。

3. 讨论

方法的线性范围、检出限、精密度、准确度、抗干扰性等各项指标均符合要求,且其线性范围更宽、检出限更低、精密度更好、准确度更高、抗干扰性更强,该方法可应用于工作场所中二氧化锡的测定^[3]。

参考文献

- [1] 郭瑞娣. 空气中锡及其化合物测定方法的改进 [J]. 环境与健康杂志, 2011, 28(8): 732-733.
- [2] 赵飞蓉, 彭谦, 陈忆文, 等. 作业场所空气中锡的微波消解-氢化物发生原子荧光光度测定法 [J]. 环境与健康杂志, 2006, 23(6): 555-556.
- [3] 中华人民共和国卫生部. GB/T 210.4-2008 职业卫生标准制定指南第4部分: 工作场所空气中化学物质测定方法 [S]. 北京: 人民卫生出版社, 2008.