

火焰原子吸收法测定植物中微量铬

于晓南

杨 华

(北京林业大学园林学院 北京 100083) (北京市园林局花木公司 北京 100005)

叶水英

(中国林业科学院森环所 北京 100091)

摘 要 本文提出了一种简易快捷的火焰原子吸收(FAAS)分析植物样品中的铬的方法。采用甲基异丁基酮萃取富集后,消除了基体的干扰,使分析结果准确可靠。

关键词 火焰原子吸收法 铬 植物 萃取

植物受环境污染后,体内铬的含量比正常情况下要高。三价铬是动植物必需的微量元素之一,血液和其他器官中也含有微量铬,缺铬会导致糖尿病和高血压。但过量的铬对人体和植物都是有害的。所以必须对动植物中铬的含量加以测定,以利于有效地控制。

植物中的铬可以用比色法测定,但灵敏度低。用火焰原子吸收法测定具有灵敏度高、干扰少、速度快、准确性高等优点。

植物中的铬经硫酸—过氧化氢消解后,成为三价离子态,然后滴加高锰酸钾溶液氧化为六价铬,并富集到有机相用火焰原子吸收分光光度计测定。吸收共振线 357.9nm。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

1.1.1 仪器

WFX-1C 型原子吸收分光光度计

工作条件:波长 357.9nm,灯电流 6.5mA,狭缝 0.2nm,乙炔气流量 2.0~2.5L/min,空气流量 7.5L/min。

1.1.2 试剂

浓硫酸(GR), 30% H_2O_2 , 氨水 25%, 0.5%高锰酸钾溶液, 二乙基二硫代氨基甲酸钠(现配现用), 甲基异丁基酮(AR)。

1mol/L 乙酸缓冲溶液:称取 41g 乙酸钠溶于 40mL 水中,用乙酸调节至 pH5.0,用水稀释至 500mL。

铬标准溶液:溶解 2.830g 优级纯重铬酸钾于 1L 无离子水中,此溶液为 Cr 溶液,浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,使用时再稀释至 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

1.2 测定方法

1.2.1 样品处理 准确称取风干、磨细、过 60 目筛的均匀植物样品 10.00g 于凯氏瓶中,加入浓硫酸 10mL,摇匀,过夜。第二天加入 2~3mL 30% H_2O_2 。在电热板上低温加热,待激烈反应停止后,升高温度至冒白烟。然后取下冷却,滴加 1mL 30% H_2O_2 ,再加热至冒白烟。重复几次,直至溶液澄清无色为止。同时作空白溶液。

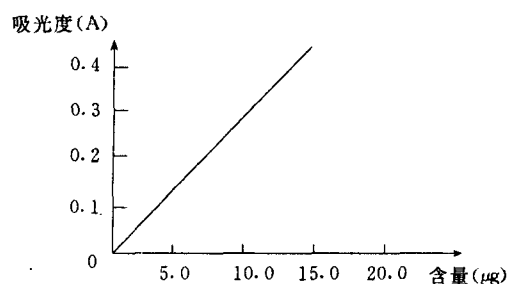
1.2.2 氧化 将上述消化液定量转移至 100mL 烧杯中,在电热板上边加热边滴加 0.5% 高锰酸钾溶液,直至煮沸 5min,紫红色不褪为止。

1.2.3 萃取 将氧化后的溶液用氨水中和至 pH5.0,然后加 10mL 乙酸缓冲溶液,并定量地转移到 100mL 容量瓶中,加入 2mL 1% 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液,摇均,准确加入 5.0mL 甲基异丁基酮,激烈摇动 2min,静置分层。加水将有机相升至瓶颈。同时作空白溶液。

1.2.4 原子吸收测定 按原子吸收分光光度计的工作条件,将仪器调至最佳状态,用进样毛细管边喷甲基异丁基酮,边调节辅助气流量,使火焰中的亮点完全消失,然后调节零点。吸喷容量瓶颈的有机相试样,记录吸光度,并从标准工作曲线上查出对应的铬含量,或者将标准输入仪器,直接读出铬浓度。

1.2.5 标准工作曲线的绘制 准确移取 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Cr 标准溶液 0.0、5.0、10.0、15.0、20.0mL,分别置于 5 只 100mL 烧杯中,加适量的水和 5mL 浓硫酸,按上述操作进行氧化、调节 pH、萃取。将原子吸收测定的吸光度扣除空白后,绘制吸光度—铬含量(μg)工作曲线:

铬含量 (μg)	0.00	5.00	10.00	15.00	20.00
吸光度 (A)	0.00	0.133	0.242	0.392	0.497



1.2.6 计算 样液吸光度扣除空白液吸光度后, 从标准工作曲线上查得铬含量 (μg), 按下面公式计算样品中的铬含量 ($\mu\text{g/g}$):

$$\text{铬 } (\mu\text{g/g}) = \frac{C}{W}$$

公式中: C—从标准工作曲线上查得的铬含量 (μg), W—样品质量 (g)。

2 结果与讨论

2.1 用该法对四个植物标准样品中的铬进行了对照测定, 结果如下表:

标准样品号	给定值 ($\mu\text{g/g}$)	测定值 ($\mu\text{g/g}$)
CSV-1	2.30 \pm 0.30	2.37 \pm 0.09
CSV-2	2.60 \pm 0.30	2.41 \pm 0.20
CSV-3	0.55 \pm 0.03	0.54 \pm 0.04
CSV-4	0.80 \pm 0.03	0.81 \pm 0.03

注: 均为 6 次平均值。

从上表可以看出, 测定结果与标准值完全一致, 而且精度也好。几年来用此法测定了上百个样品, 证明该法是可靠的。

2.2 在消化样品时, 每次加入 H_2O_2 应将样液先冷却, 否则 H_2O_2 会立即分解, 导致结果偏低, 也不安全。

2.3 植物样品中铬含量通常不超过 $5\mu\text{g/g}$, 如果消化后不萃取富集, 而直接用火焰原子吸收测定是有困难的, 若采用无火焰原子吸收测定, 基体干扰十分严重, 很难测准。实验表明, 采用甲基异丁基酮萃取富集是行之有效的办法。就目前情况而言, 火焰原子吸收光度计也较无焰原子吸收光度计要便宜几倍。

参考文献

- 1 中国林业科学院分析中心编. 现代实用仪器分析方法. 中国林业出版社, 1994
- 2 Hamilton E. Environmental Science and Health. 1972
- 3 S. N. Chesler et al. Ann. Chem. 1978; 805
- 4 冶金部原子吸收分析组编. 原子吸收分光光度法. 科学出版社, 1972

The determination of Chromium (Cr) in plants by flame atomic absorption spectrophotometry

Yu Xiaonan

(The College of Landscape Architecture, Beijing Forestry University, Beijing 100083)

Yang Hua

(Trees and Flowers Company of Beijing Gardening Bureau, Beijing 100005)

Ye Shuiying

(The Research Institute of Forest Ecology, Environment and Protection, CAF Beijing 100091)

Abstract The simple and rapid analysis method for determination of chromium (Cr) in the sample of plant by flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) was described in this paper. Methyl isobutyl ketone was used to be extracting solvent. The interference of the matrix was corrected effectively and the results obtained are satisfactory.

Key Words FAAS Cr plant extraction