

ICP-AES 测定海娜植物及土壤中镉、铜、铅、锌

徐爱列 (青海师范大学化学系, 青海西宁 810008)

摘要 测定海娜植物及其种植地土壤中的镉、铜、铅、锌。方法: 采用微波消解海娜样品, 用全谱直读电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES) 同时测定海娜植物及土壤中的镉、铜、铅、锌的含量。结果表明: 海娜植物和土壤中4种元素的含量不高, 样品回收率在95.8%~101.3%, RSD均小于2%。结论: 实验方法快速、准确可靠, 是测定植物及土壤中重金属等微量元素含量的有效方法。

关键词 ICP-AES; 海娜; 微波消解; 镉; 铜; 铅; 锌

中图分类号 Q503 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)21-0653-02

Determination of Cd, Cu, Pb and Zn in Henna Plant and the Soil with ICP-AES

XU Ai-lie (Department of the Chemistry, Qinghai Normal University, Xining, Qinghai 810008)

Abstract To determine the Cd, Cu, Pb and Zn in Henna plant and the soil where Henna was planted, the microwave was applied in the digestion of Henna samples and the contents of Cd, Cu, Pb and Zn in Henna plant and soil were determined with ICP-AES. The results indicated that four elements in Henna plant and soil were not high. The recovery was in the range of 95.8%~101.3% and the RSDs were less than 2%. The method was rapid, accurate and reliable. It provided an effective method to determine the content of trace elements in plant and soil.

Key words ICP-AES; Henna; Microwave digestion; Cd; Cu; Pb; Zn

海娜, 一年生草本植物, 古称散沫花, 是一种天然染料。由于其天然无毒的性质, 可作为染发剂的原料, 织物、纹身的染料以及用于蛋白质检测; 海娜植物的药用价值也很高, 可用于治疗头痛、黄疸病和麻疯病等。因此, 对海娜植物中微量元素的测定将有助于海娜植物资源的进一步开发、利用。

土壤是人类环境的重要组成部分, 其质量优劣直接影响人类的生产生活和社会发展。土壤测定方法常用原子吸收分光光度法、分光光度法、原子荧光法、气相色谱法、电化学分析法及化学分析法, 还有电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)、x-射线荧光光谱分析法、中子活化分析法、液相色谱分析法及气相色谱-质谱(GC-MS)联用法等^[1]。笔者采用ICP-AES法测定了海娜样品及土样中的镉、铜、铅、锌的含量。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 仪器: 微波消解系统(MARS5, 美国培安公司); 全谱直读电感耦合等离子体原子发射光谱仪即ICP-AES(IRIS Intrepid XSP, 美国热电公司)。

试剂: 海娜(采自青海大通县朔北乡), 土壤(青海大通县朔北乡), 盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸(优级纯), 镉、铜、铅、锌(优级纯), 实验用水为去离子水。

1.2 实验方法

1.2.1 溶液配制。

1.2.1.1 配制标准贮备液。 分别准确称取0.5000 g 金属镉、铜、铅和锌于100 mL 烧杯中, 依次用30 mL HNO₃、30 mL HNO₃(1+1)、30 mL HNO₃(1+1)、40 mL HCl 溶解, 转移到500 mL 的容量瓶中, 用去离子水定容至刻度, 摇匀。在溶解铜和铅时需要加热, 溶解锌时需要煮沸5 min 左右, 然后冷却。得到浓度为1 000 ng/L 的标准贮备液。

1.2.1.2 配制标准溶液。 移取上述标准贮备液各10 mL 于100 mL 的容量瓶中, 用去离子水定容至刻度, 摇匀, 得到100 ng/L 的标准混合使用液。然后分别移取此混合溶液0.1、0.5、1.0、2.0 mL 于100 mL 容量瓶中, 加入适量的酸, 用去离子

水稀释至刻度, 得到0.1、0.5、1.0、2.0 ng/L 的标准溶液。

1.2.2 仪器工作条件选择。

1.2.2.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件。 经实验确定仪器的最佳工作条件为: 射频功率(RF Power) 1 150 W; 雾化器压力172 376.5 Pa; 冷却气流量14 L/min; 工作频率27.12 MHz; 辅助气流0.5 lpm; 积分时间低波10 s、高波5 s。

1.2.2.2 微波消解系统工作条件。 微波消解压力及时间影响样品的处理效果, 实验确定微波消解条件为: 功率600 W, 升温时间10 min, 控制压力2 758 024.0 Pa, 最高温度160 ℃, 保持时间15 min。

1.2.3 样品处理。 海娜样品通过微波消解系统处理, 分别准确称取海娜花、叶和茎0.25 g 于消化罐中, 加入5 mL 硝酸, 1 mL 过氧化氢和6 mL 水, 待反应平稳后, 密闭微波消化罐, 然后置于MARS5 微波消解系统中消解15 min, 冷却后, 转移到容量瓶中备用。

土样采用混合酸处理, 称取0.5~1.0 g 土样于25 mL 聚四氟乙烯坩埚中, 用少许水润湿, 加入10 mL HCl, 在电热板上加热(<450 ℃) 消解2 h, 然后加入15 mL HNO₃, 继续加热至溶解物剩余约5 mL 时, 再加入5 mL HF 并加热分解除去硅化合物, 最后加入5 mL HClO₄ 加热至消解物呈淡黄色时, 打开盖, 蒸至近干。取下冷却, 加入(1+5) HNO₃ 1 mL 微热溶解残渣, 转移到50 mL 容量瓶中, 定容^[1]。同时做试剂空白。

表1 4种元素的含量、检出限及土壤环境标准值 ng/kg

元素	海娜叶	海娜花	海娜茎	土壤	检出限	GB15618
						1995(一级)
镉	0.21	0.13	0.08	3.41*	0.002	0.20
铜	7.64	6.07	2.87	16.08	0.007	35
铅	5.12	3.44	8.44	11.27	0.005	35
锌	45.12	48.79	18.93	64.86	0.003	100

注: * 表示超标。

1.2.4 标准曲线绘制及样品测定。 调节ICP-AES 至实验确定的条件, 用镉、铜、铅、锌的标准系列溶液建立它们的工作曲线; 在相同的实验条件下, 测定空白试剂溶液和上述处理过的海娜及土壤样品溶液, 计算4种元素的含量。

2 结果与分析

2.1 样品测定结果 海娜样品组织及土壤中镉、铜、铅、锌

作者简介 徐爱列(1961-), 女, 上海人, 副教授, 从事化学、环境科学方面的教学和研究工作。

收稿日期 2007-04-08

的含量测定结果见表1。海娜植物中各元素的含量均远低于其种植的土壤,这说明海娜对重金属等元素积累效应很小。土壤中除镉外,各元素的含量都符合国家土壤环境标准^[1]。

2.2 方法的精密度 称取海娜叶1份,依照此实验方法平行测定样品5次,测定其中的镉、铜、铅、锌的含量,得其标准偏差(*S*)和相对标准偏差(*RSD*) (表2)。依次称取海娜花、茎和土壤各1份,测试其精密度,其相对标准偏差均小于2%。

表2 精密度实验结果

元素	测定值 ng/kg					S	RSD %
	1	2	3	4	5		
镉	0.217	0.220	0.219	0.223	0.221	0.002 2	1.02
铜	7.67	7.61	7.65	7.68	7.60	0.036 0	0.47
铅	5.12	5.09	5.13	5.15	5.16	0.027 0	0.53
锌	45.11	45.10	45.13	45.11	45.12	0.008 9	1.98

2.3 回收率 用标准加入法进行样品回收率的测定。在完全相同的实验条件下,先测定试样中待测元素的含量,然后再向另一份相同量的试样中,准确加入一定量的待测元素纯物质后,再次测定待测元素的含量,得到样品回收率(表3)。

表3 样品加标回收实验结果及元素分析线

元素	测定值	加入量	回收量	回收率	分析线波长
	ng/kg	ng/kg	ng/kg	%	nm
镉	3.41	5	8.22	96.2	226.502
铜	16.08	5	20.87	95.8	324.754
铅	11.27	5	16.13	97.2	220.353
锌	64.86	10	74.99	101.3	213.856

2.4 检出限 将待测元素给出3倍于标准偏差的读数时所对应的浓度或质量作为最小检测浓度或最小检测质量^[2]。对空白溶液进行10次平行测定,得出各元素的检出限(表2)。说明测定的可靠程度是比较高的。

2.5 元素分析线及离子干扰 ICP-AES具有高温、环状通道、惰性气氛、自吸现象小等特点,因而具有选择性好等优点,其基体效应和元素间的干扰少^[3]。笔者采用混合标准和单一标准进行扫描对比,优选出干扰最小的谱线作为待测元素的被测谱线(表3)。试样中其他的干扰因子可应用背景校正的办法进行消除^[4]。

3 结论

采用微波消解ICP-AES法可同时测定镉、铜、铅、锌等元素的含量,并且能够有效消除化学干扰,测定快速,效率高,结果准确可靠,检出限低,线性范围宽,适合不同浓度测量范围,是快速测定植物体及土壤中重金属等微量元素含量的好方法。结果表明,方法的精密度和回收率都令人满意。

参考文献

- [1] 奚旦立,孙裕生,刘秀英.环境监测[M].3版.北京:高等教育出版社,2004:67-87,272.
- [2] 刘珍.化验员读本:下册[M].3版.北京:化学工业出版社,2004:232-235.
- [3] 苏克曼,张济新.仪器分析实验[M].2版.北京:高等教育出版社,2005:127-131.
- [4] 杨叶青.ICP-AES法测定工业污泥中铜、铅、锌、镉[J].现代仪器,2004(5):39-40.