

火焰原子吸收光谱法测定土壤中的铜

梁冬松

(桂林工学院南宁分院 南宁市安吉大道 15 号 530001)

摘 要 土壤样品经 HNO_3 -HF 驱尽二氧化硅并完全溶解后, 使用火焰原子吸收分光光度计进行测定。该方法的最低检出限为 $0.016 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 检出下限为 $0.16 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 精密密度为 $0.62\% \sim 1.01\%$, 铜元素的加标回收率为 $98.0\% \sim 99.2\%$ 。本方法测定国家质控标样, 结果吻合。

关键词 土壤, 铜, 火焰原子吸收光谱法。

中图分类号: O 657. 31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2006)05-1020-03

1 引言

近年来, 由于人口急剧增长, 工业迅猛发展, 固体废物不断向土壤表面堆放和倾倒, 有害废水不断向土壤中渗透, 大气中的有害气体及飘尘也不断随雨水降落在土壤中, 导致了土壤污染。土壤污染破坏植物根系的正常吸收和代谢功能, 通常同植物体内酶系统作用过程有关。铜已被公认为是植物生长发育所必需的微量元素。在维诺格拉多夫的生物地球化学分类表中, 铜和锌、锰、硼、钼等元素列在一起, 在植物体内平均含量为 $10.2\% \sim 10.3\%$ 。铜在生物中参与酪氨酸酶生理、生化作用过程。如果土壤中有效态铜含量小于 $6 \sim 13 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 植物的光合作用就显著衰退, 氮的代谢过程也受到影响; 如果过量, 铜被植物根系吸收后形成稳定的络合物, 就会破坏植物根系正常代谢功能, 引起植物的生育障碍。一百多年前, 日本曾发生足尾铜矿山事件, 当地铜矿废水排入渡良濑川, 污染了两岸的稻田, 使土壤含铜量高达 200 mg/kg , 造成水稻株高仅 10 厘米, 引起严重减产。矿山周围大面积农田最终沦为不毛之地。我国对绿色食品产地土壤中铜的含量也有明确的规定, 铜含量不能大于 $60 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

2 试验部分

2.1 仪器

美国热电公司(Thermo Jarrell Ash)M 6 原子吸收光谱仪;

美国波尔公司 Cascada 型超纯水仪。

2.2 仪器条件的设置与分析参数

波长: 324.8 nm ; 通带: 0.5 nm ; 火焰类型: Air-C₂H₂; 燃气流量: $1 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$; 燃烧器高度: 7.0 mm ; 灯电流: 75% ; 测定模式: 吸收; 浓度输出方式: $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$; 校正模式: 普通; 背景校正: D₂。

联系人, 手机: (0)13607882526; E-mail: lds@gliten.cn

作者简介: 梁冬松(1960—), 男, 广西北流市人, 讲师, 主要从事化学仪器分析的教学及科研工作。

收稿日期: 2008-08-28; 接受日期: 2008-09-05

2.3 试验所用的标物及试剂

铜标准溶液储备液: 国家环保标样研究所 GSB 07-1757-2000, $1000\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$;

土壤成分分析标准物质: GBW 07401, GBW 07402, GBW 07403, GBW 07403;、硝酸, 氢氟酸, 盐酸, 高氯酸均为优级纯, 上海国药;

超纯水: 电导大于 1M 。

2.4 试样制备

将按中国绿色食品产地技术规范采集到的土壤样品自然风干, 捣碎, 混合, 用四分法缩至 200g 左右。放入碎样机粉碎, 样品全部过 120 目, 装于带封口的塑料袋中, 密封保存。

准确称取土壤样品 0.5g (准确至 0.0001g), 置于塑料王坩埚中, 用少量水润湿样品。加入 10mL HF, 5mL HNO_3 , 0.5mL HClO_4 , 盖上盖子, 将坩埚放电热板上 180°C 加热消化。待样品消化近干后, 用超纯水清洗盖子和坩埚的内壁, 打开盖子继续加热至干。如此反复操作将坩埚内的 HF 赶走。取下坩埚, 自然冷却至室温。加入 5mL 左右的超纯水, 加入 2.5mL 的 HCl , 放回电热板加热。样品全部溶解后转移到 25mL 的比色管中, 待试液冷至室温后定容, 摇匀。待测。

2.5 标准溶液的制备

应用 $1000\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的铜标准储备液配制成 $0.000, 0.100, 0.300, 0.500, 1.000, 3.000, 5.000\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的铜标准系列, 盐酸介质为 10%。

3 结果与讨论

3.1 酸介质和酸度对测定的影响

土壤样品经消化完全后, 加入盐酸, 样品溶液呈清亮的淡黄色。经反复试验, 酸度在 2- 10% 之间对测定没有影响。如果在消化样品过程没有赶走硝酸, 定容后会有很浓厚的酸味, 因此不推荐使用硝酸作为介质。

3.2 共存离子的干扰

土壤中含有大量的 K, Na, Ca, Mg, Mn, Ni, Fe, Zn, Al, Sr, Ba, Co, Cr 等元素, 由于采用 D_2 灯扣除背景的方式, 这些共存离子相互干扰很小^[1]。

3.3 铜标准曲线的绘制

分析结果见表 1。

表 1 相关系数及回归方程

浓度($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	0.000	0.100	0.300	0.500	1.000	3.000	5.000
吸光度A	0.0001	0.0054	0.0151	0.0246	0.0487	0.1459	0.2396
相关系数	$r = 1.000$						
回归方程	$y = 0.04794x + 0.0007$ 特征浓度 $0.0918\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$						

3.4 方法的检出限

对空白试样进行 11 次测定, 计算其标准偏差, 将标准偏差乘以 3, 其结果为检出限, 以检出限的 10 倍为本方法的测定下限。经测定, 11 次空白为: $0.011, 0.012, 0.009, 0.011, 0.008, 0.012, 0.015, 0.020, 0.008, 0.025, 0.013\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 因此方法检出限为 $0.016\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$; 方法测定下限为 $0.16\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

3.5 精密度和加标回收试验

在已知含量的样品中加入不同浓度的铜, 按照同样的样品的处理方式进行消化。将处理好的试

样以相同条件进行测定, 计算其精密度和回收率。分析结果见表 2。

表 2 精密度和回收率

(n=6)

样品号	样品浓度 (mg · L ⁻¹)	标准加入量 (mg · L ⁻¹)	测得总量 (mg · L ⁻¹)	回收率 (%)	RSD (%)
1#	0.153	0.300	0.450	99.0	0.62
2#	0.234	0.300	0.528	98.0	0.83
3#	0.832	1.000	1.824	99.2	1.01
4#	0.758	1.000	1.739	98.1	0.86

3.6 方法可靠性

利用本方法测定已知含量的土壤成分分析标准物质 GBW 07401, GBW 07402, GBW 07403, GBW 07403, 测定结果与标准值相比较, 结果满意, 分析结果见表 3。

表 3 质控样品的分析结果

标准物质编号	标准值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	评价意见
GBW 07401	21 ± 2	21.5	吻合
GBW 07402	16.3 ± 1.4	15.8	吻合
GBW 07403	11.4 ± 1.6	10.2	吻合
GBW 07403	40 ± 4	42.2	吻合

4 结论

利用火焰原子吸收光谱仪 D2 扣除背景方式测定土壤中的铜元素含量, 干扰小, 方法简单, 可以大批量样品的同时处理, 可以对环境污染物大面积地普查, 结果准确可靠。我们对广西柳州地区绿色食品柑桔、莲藕、水稻、葡萄等品种的产地环境土壤中铜的测定, 结果在 20—40mg/kg 之间, 满足 NY/T 391-2000 绿色食品产地环境质量标准。

参考文献

- [1] 潘建芳. 火焰原子吸收光谱法测定奶类食品中铜锌铁锰[J]. 理化检验(化学分册), 2007, 43(3): 209.

Determination of Cu in Soil by FAAS

LIANG Dong-Song

(Nanning Branch, Guilin Engineering College, Nanning 530001, P. R. China)

Abstract Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) was used to detect Cu content in soil. SO₂ which is in the solid was drove off by HNO₃-HF and then the sample was dissolved in it. The detection limit of this method was 0.016mg · L⁻¹ and, the accurate was 0.62%—1.01%, recovery is 98.0%—99.2%. A cceptable result was achieved for detecting national quality control samples by this method.

Key words Solid, Cu, FAAS