

ICP-AES 分析纳米二氧化硅表面吸附的金属元素含量

邹亚娟 许实

(上海交通大学分析测试中心 上海市闵行区东川路 800 号 200240)

摘 要 纳米二氧化硅有着优越的亲水性、稳定性,已广泛应用于涂料、橡胶、医药、造纸等行业。近年来,它又被开发应用到农业、食品等领域。因而,对纳米二氧化硅中有害金属元素和杂质金属元素的检测显得非常重要。本文探索了 ICP-AES 法检测高纯纳米二氧化硅中 Pb、Mn、Zn 3 种元素含量,实验中得到该方法对 3 种元素的检出限分别为: 0.021、0.0003、0.0057mg/L,三种元素的 RSD 均小于 1%,回收率 99%—102%。最后称取 3 份样品做平行分析检测,得到元素含量基本相同。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 纳米二氧化硅, 金属元素。

中图分类号: O 657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2008)04-0554-03

1 前言

纳米材料是指三维空间尺度至少有一维处于纳米量级(1—100nm)的材料,它是由尺寸介于原子、分子和宏观体系之间的纳米粒子所组成的新一代材料。纳米二氧化硅为无定型白色粉末,是一种无毒、无味、无污染的非金属材料。微结构为球形,呈絮状和网状的准颗粒结构。它具有独特性质如抗紫外线的光学性能;它还可提高材料的抗老化性和耐化学性;将纳米二氧化硅分散在材料中,可提高材料的强度、刚性;还具有吸附色素离子、降低色素衰减的作用等^[1]。近年来,纳米二氧化硅又被开发应用到农业和食品领域。因此,本文探索了 ICP-AES 检测纳米二氧化硅中有害金属元素 Pb 以及杂质元素 Mn、Zn 的含量,以确保纳米二氧化硅能够安全的应用在相关领域。

2 试验部分

2.1 仪器

IRISA dvantage 1000 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国热电公司)。

2.2 工作条件

工作频率 27.1MHz,耦合功率 1.15kW,载气流量 1.0L/min,雾化器压力: 103kPa,积分时间: 长波 20s,短波 10s。

2.3 试剂

硝酸 盐酸(GR 级),实验用水为去离子水,标准样品为 SPEXCertiPrep Custom Assurance Standard, Pb、Mn、Zn 含量为 1000mg/L。

联系人,电话: (021) 34206175 转 419; E-mail: yajuanzou@hotmail.com

作者简介: 邹亚娟(1983—),女,助理工程师,江苏省盐城市人,主要从事光谱分析研究和应用工作。

收稿日期: 2008-02-20; 接受日期: 2008-03-12

2.4 标准溶液的配制

取混合标准液, 分别配制含 Pb、Mn、Zn 元素浓度为 0, 2, 5, 10, 20mg/L 的溶液。

2.5 样品预处理

称取 4 份样品, 质量分别为 1.2343g, 1.0985g, 1.0354g, 1.1125g。其中第 4 份为空白对照。将样品置于 100mL 石英烧杯中, 加入 5mL 盐酸、2mL 硝酸、10mL 水, 盖上表面皿, 95℃ 水浴恒温加热 1h。将样品过滤, 滤液定容到 25mL 容量瓶, 摇匀, 上机检测。

3 结果与讨论

3.1 分析线波长的选择

用待测元素的标准溶液和空白溶液在各波长处进行扫描, 根据计算机所示的谱线及背景的轮廓和强度值, 对比干扰的类型的程度, 选择合适的分析线。各元素的分析线波长以及背景点见表 1。

表 1 分析线波长, 扣背景点

元素	波长 (nm)	背景 BKP1 (nm)	背景 BKP2 (nm)
Pb	220 353	220 329	220 369
Mn	259 373	259 335	259 405
Zn	213 856	213 831	213 881

3.2 元素的检出限

以 5% HCl 作空白, 重复测量 10 次, 以其标准偏差的 3 倍作检出限, 见表 2。

表 2 方法的检出限

元素	检出限 (mg/L)
Pb	0.0210
Mn	0.0003
Zn	0.0057

3.3 标准溶液的校准曲线

对系列含有 Pb、Mn、Zn (空白, 2mg/L, 5mg/L, 10mg/L, 20mg/L) 的标准溶液进行检测, 得到系列标准溶液中金属元素含量与信号强度的关系见表 3。

表 3 系列标准溶液中元素的信号强度

标液 元素	信号强度				
	0 (mg/L)	2 (mg/L)	5 (mg/L)	10 (mg/L)	20 (mg/L)
Pb	0.0227	2.3974	5.8362	11.675	23.957
Mn	-0.0062	107.07	266.45	526.74	1062.7
Zn	-0.2543	99.118	217.60	458.73	907.45

经拟合, 得到 Pb、Mn、Zn 的相关系数分别为: 0.99997, 0.99999, 0.99961。

3.4 方法回收率的检测

对系列浓度的标准溶液 (同 3.3) 检测 4 次, 得到 3 种元素的回收率, 结果见表 4。

3.5 方法精密度的检测

对浓度为 10 ppm 的标准溶液检测 10 次, 得到 3 种元素的 RSD, 结果见表 5。

表 4 Pb、Mn、Zn 的回收率

标液 元素	回收率 (%)			
	2 (mg/L)	5 (mg/L)	10 (mg/L)	20 (mg/L)
Pb	99.71	98.47	101.14	99.84
Mn	100.91	100.45	99.29	100.15
Zn	100.69	99.71	100.82	99.69

表 5 Pb、Mn、Zn 的 RSD

元素	RSD (%)
Pb	0.68
Mn	0.59
Zn	0.43

3.6 干扰情况

3.6.1 基体干扰

样品中含有的 Fe 元素会对 Pb 产生基体干扰, 高含量 Cu 元素会对 Zn 产生基体干扰, 而该样

品中 Fe, Cu 的含量均很低, 因此基体干扰可忽略。

3.6.2 杂质干扰

样品为高纯二氧化硅, 杂质元素的含量均为 ppm 级别, 因此不存在共存元素的干扰。

3.7 测试结果

3 组样品处理后, 上机检测, 结果见表 6。由表 6 看出, 3 份平行试样, 得到元素含量基本相同。

3.8 讨论

纳米 SiO_2 是应用较早的纳米材料之一, 早已被广泛的应用于橡胶改性、工程塑料、陶瓷、生物医学、光学、建材、树脂基复合材料中。近来, 发达国家开发了纳米 SiO_2 的一些新的应用领域。如在农业中, 应用纳米 SiO_2 制作农业种子处理剂, 可使蔬菜(甘蓝、西红柿、黄瓜)棉花、玉米、小麦提高产量, 提前成熟期。在食品行业中, 添加了纳米 SiO_2 的食品包装袋, 对水果、蔬菜可起到保鲜作用; 应用纳米 SiO_2 于酒类生产中可起到净化和延长保鲜期的作用; 纳米 SiO_2 还可作为防治水果、蔬菜各种疾病的高效杀菌剂^[2]。纳米 SiO_2 与人们的生活息息相关, 因此对纳米 SiO_2 中有害元素 Pb 以及杂质元素的检测就显得非常重要。

本文对此作了针对性的研究, 用 ICP-AES 检测高纯二氧化硅(99.99%)样品中 Pb, Mn, Zn 3 种元素的含量。实验过程中, 我们先用系列浓度含 Pb, Mn, Zn 的标准溶液探索了该方法的检出限, 回收率以及精密度。最后, 把该方法运用于样品检测, 共做 3 份平行试样, 得到元素含量基本相同。

参考文献

- [1] 朱建军, 谢吉民, 陈敏等. 高纯纳米二氧化硅的制备[J]. 涂料工业, 2007, 37(8): 13—15.
[2] 李曦, 刘连利, 王莉莉. 纳米二氧化硅的研究现状与进展[J]. 渤海大学学报, 2006, 27(4): 304—308

Analysis of the Metal Elements on the Surface of High Purity Nano- SiO_2 by ICP-AES

ZOU Ya-Juan XU Shi

(Instrumental Analysis Center of Shanghai Jiaotong University, No. 800, Dongchuanlu, Shanghai 200240, P. R. China)

Abstract Nano- SiO_2 has many ascendant properties, and already applied in coating, rubber, pharmaceutical and paper making industries. Recently, its application has been developed into agricultural and food industries. So it is very important to analyze the harmful metal elements and other impurities in high purity Nano- SiO_2 . The amounts of Pb, Mn and Zn in high purity Nano- SiO_2 were determined by ICP-AES. This method can definitely be used in detecting metal elements in Nano- SiO_2 .

Key words ICP-AES, Nano- SiO_2 , Metal Element

表 6 3 组平行样品中元素含量 (mg/kg)

样品	Pb	Mn	Zn
1	2.60	0.17	0.36
2	2.64	0.18	0.40
3	2.57	0.19	0.40
平均值	2.60	0.18	0.39