

火焰原子吸收光谱法测定畜禽粪便中铜和锌

李慧,戴玄吏

(常州市环境监测中心站,江苏 常州 213001)

摘要:采用冻干法-全量酸消解-火焰原子吸收光谱法测定畜禽粪便中铜和锌,优化了试验条件。铜和锌分别在 0 mg/L ~ 3.00 mg/L 和 0 mg/L ~ 1.00 mg/L 范围内线性良好,检出限分别为 6 mg/kg 和 2 mg/kg (按取 0.5 g 试样消解定容至 50 mL 计算),粪便试样测定的 RSD 分别为 1.3% 和 3.7%,加标回收率分别为 104% 和 107%。

关键词:铜;锌;火焰原子吸收光谱法;畜禽粪便

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2009)01-0031-02

Determination of Copper and Zinc in Poultry and Animal Feces by Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

LI Hui, DAI Xuan-li

(Changzhou Environmental Monitoring Center, Changzhou, Jiangsu 213001, China)

Abstract: The method of freeze drying-total acids digestion-flame atomic absorption spectrophotometry was established for determination of Copper and Zinc in the poultry and animal feces. The experimental conditions were optimized to produce the following results: good linearity of Copper in the range from 0 mg/L to 3.00 mg/L and Zinc in the range from 0 mg/L to 1.00 mg/L, the detection limits of Copper 6 mg/kg and Zinc 2 mg/kg (0.5 g sample digested in 50 mL solution), the RSDs of the poultry and animal feces samples of Copper 1.3% and of Zinc 3.7%, the recoveries of Copper 104% and of Zinc 107%.

Key words: Copper; Zinc; Flame absorption spectrophotometry; Poultry and animal feces

近年来,我国畜禽养殖业得到了长足发展,在许多地区已成为发展农村经济的支柱性产业。然而,在畜禽养殖业发展的同时,畜禽粪便也成为农村环境污染的主要原因之一^[1]。据报道,目前的饲料添加剂中常含有高含量的铜和锌^[2],过量的重金属元素通过所饲养的动物排泄到土壤或水域,或通过有机肥的形式施入农田^[3],给土壤和水源带来巨大危害。另外,重金属作为一种持久性有毒污染物,可通过扬尘和手-口直接接触等途径进入人体,危害人体健康^[4]。目前铜、锌的测定方法很多,其中火焰原子吸收光谱法快速、灵敏、准确,较为常用。畜禽粪便样品的前处理比较复杂,今采用湿法消解-火焰原子吸收光谱法测定其中的铜和锌,取得了满意结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

TAS-986型原子吸收分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司;铜、锌空心阴极灯;AL 204型电子分析天平,梅特勒-托利多仪器有限公司;EH 20B型电热板,美国莱伯泰科仪器有限公司。

1 000 mg/L 铜、锌标准储备液,低温冷藏保存;盐酸、硝酸,优级纯;氢氟酸、高氯酸,分析纯;超纯水。

1.2 仪器工作条件

仪器工作条件见表 1。

1.3 试验方法

称取按《土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 17138-1997)冻干处理的试样 0.2 g~0.5 g(精确至 0.000 2 g)于 150 mL

收稿日期:2008-10-07;修订日期:2008-12-03

作者简介:李慧(1980—),女,江苏淮安人,技术员,大学,从事环境监测工作。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 /nm	狭缝宽度 /nm	灯电流 I/mA	负高压 U/V	燃烧器高度 h/mm	火焰类型
铜	324.7	0.4	3.0	351.0	7	氧化型
锌	213.9	0.4	3.0	436.0	7	氧化型

聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿后,加入 3 mL 盐酸,于通风橱内电热板上 80 ~ 100 低温加热,使样品初步分解。待蒸发至约剩 2 mL 时,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸、2 mL 高氯酸,加盖后于电热板上 180 ~ 200 加热,1 h 后开盖继续加热,必要时轻轻摇动坩埚,使酸与壁上棕色有机物充分接触。当加热至冒浓厚白烟时,加盖,待坩埚壁上棕色有机物消失后,开盖驱赶高氯酸白烟,并蒸至内容物呈粘稠状。视消解情况可再加入 2 mL 硝酸,重复上述步骤。取下稍冷,用水冲洗坩埚盖和内壁,加入 1 mL 50% 硝酸溶液温热溶解残渣,然后将溶液转移至 50 mL 容量瓶中,冷却后定容待测,同时制备全程序空白溶液至少 2 份。

2 结果与讨论

2.1 样品前处理条件

对于粪便类样品,在消解过程中,对加热温度与酸的使用有一定的要求。温度过高,反应过于激烈,样品易溅出;温度过低,反应时间过长,会造成时间和材料浪费。消解粪便类样品时,须加入氢氟

酸。由于氢氟酸有腐蚀作用,吸取时应使用塑料刻度吸管,使用玻璃吸管会导致玻璃中的锌进入待测溶液,造成空白值偏高。经多次试验,按该方法确定的称样质量、加热温度和加酸体积,样品消解完全,空白值也符合测定要求。

2.2 标准曲线

配制 0 mg/L ~ 3.00 mg/L 铜、0 mg/L ~ 1.00 mg/L 锌标准溶液系列,用该方法测定,以吸光值为纵坐标、质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。回归方程分别为:铜 $y = 0.1350x + 0.0037$, $r = 0.9997$; 锌 $y = 0.3604x + 0.0014$, $r = 0.9995$ 。

2.3 检出限

按 IUPAC (国际纯粹和应用化学联合会)公布的检出限定义^[5],连续测定全程序空白溶液 11 次,得该方法的检出限铜为 6 mg/kg, 锌为 2 mg/kg (按取 0.5 g 试样消解定容至 50 mL 计算)。

2.4 精密度试验

取处理后的粪便试样 6 份,用该方法平行测定,结果见表 2。

表 2 精密度试验结果 (n = 6)

元素	测定值 / (mg · L ⁻¹)						RSD / %
铜	558	576	572	565	558	566	1.3
锌	1.12 × 10 ³	1.07 × 10 ³	1.07 × 10 ³	1.06 × 10 ³	1.06 × 10 ³	1.16 × 10 ³	3.7

2.5 加标回收试验

向处理后的固体粪便试样中分别加入适量的铜、锌标准溶液,作加标回收试验,结果见表 3。

表 3 加标回收试验结果

元素	测定值	加标量	加标后测定值	RSD
	/(mg · L ⁻¹)	/(mg · L ⁻¹)	/(mg · L ⁻¹)	/%
铜	2.76	2.00	4.83	104
锌	5.47	5.00	10.8	107

3 结语

采用湿法消解 - 火焰原子吸收光谱法测定畜禽粪便中的铜和锌,样品前处理过程中酸的用量合

理,节省了时间和试剂,方法简便、快速,精密度与准确度均符合要求。

[参考文献]

[1] 孔志明. 畜禽粪便污染环境的现状及其对策 [J]. 中国农村科技, 2003, 49 (1): 60.
 [2] 夏家淇. 土壤环境质量标准详解 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1996: 715.
 [3] 邵学新, 吴明, 蒋科毅, 等. 土壤重金属污染来源及其解析研究进展 [J]. 广东微量元素科学, 2007, 14 (4): 1 - 6.
 [4] 史贵涛, 陈振楼, 李海雯, 等. 城市土壤重金属污染研究现状与趋势 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18 (6): 9 - 12.
 [5] 曹杰山. 火焰原子吸收分光光度法测定生活垃圾堆肥产品中铅 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19 (6): 28 - 30.