

ICP-AES法测定防腐处理后木材中可溶性铜铬砷

方邢有, 邵秋荣, 张文

(顺德出入境检验检疫局, 广东 顺德 528303)

摘要: 采用电感耦合等离子发射光谱法同时测定防腐处理后木材中可溶性铜、铬、砷, 优化了试验条件, 确定了最佳分析线。方法在 0.500 mg/L~10.0 mg/L 范围内线性良好, 铜、铬、砷的检出限分别为 0.003 mg/L, 0.01 mg/L, 0.07 mg/L, 木材样品平行测定的 RSD 为 0.5%~1.2%, 加标回收率为 97.0%~102%, 与原子吸收光谱法的测定结果相吻合。

关键词: 铜; 铬; 砷; 电感耦合等离子发射光谱法; 木材; 防腐处理

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2009)06-0056-02

Detemination of Soluble Copper, Chromium and Arsenic in Preservative Treated Wood by ICP-AES

FANG X ing-you, SHAO Q i-rong, ZHANG W en

(Shunde Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Shunde, Guangdong 528303 China)

Abstract A method was established to test soluble copper, chromium and arsenic in preservative treated wood by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. The experimental conditions were optimized to produce following results. The best analytical lines of spectra were confirmed. A good linearity was in range from 0.500 mg/L to 10.0 mg/L. The detection limits of Cu, Cr and As were 0.003 mg/L, 0.01 mg/L and 0.07 mg/L respectively. The RSD of parallel wood samples tests range was from 0.5% to 1.2%. Spike recovery range was from 97.0% to 102%. The results were in agreement with that of AAS.

Key words Copper; Chromium; Arsenic; ICP-AES; Wood; Preservative treatment

欧盟 2003/02/EC 指令和美国环境保护局 (EPA) 规定^[1], 禁止销售含砷防腐剂的木材, 并限制铜、铬在木材中的使用。目前, 分别检测铜、铬、砷的方法较多^[2-3], 国内也有电感耦合等离子发射光谱法 (ICP-AES) 同时检测木材中总铜、铬、砷的报道, 但还未见木材中可溶性铜、铬、砷的测定方法。今采用 ICP-AES 法同时测定防腐处理后木材中可溶性铜、铬、砷, 操作简单, 灵敏度高。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

6000 型电感耦合等离子发射光谱仪, 美国热电公司; 梅特勒 1/100 000 电子天平; 可调温电热板; 电热恒温震荡箱; 电热恒温鼓风干燥箱。

1 000 mg/L 铜、铬、砷标准储备液, 中国标准物质研究中心; 浓硫酸, 北京化学试剂研究所;

2.5 mol/L 硫酸溶液: 向冷水中加入 280 mL 浓硫酸, 冷却后定容至 2 L; 30 g/L 硫酸钠溶液; 硫酸-硫酸钠溶液: 向 200 mL 2.5 mol/L 硫酸溶液中加入 100 mL 30 g/L 硫酸钠溶液, 稀释至 1 000 mL; 30% 过氧化氢溶液; 试验用水为美国 Millipore 超纯水机制备的去离子水。

1.2 样品处理

木材抽样与制备参照文献 [4]。将防腐处理后的木材用木锯锯取木屑, 或用空心钻钻取木屑, 过孔径 1.0 mm 筛后, 称取约 5 g 置于 250 mL 锥形瓶中。加入 50 mL 2.5 mol/L 硫酸溶液和 10 mL 30% 过氧化氢溶液, 搅拌均匀, 于 75 °C 电热恒温震荡箱中震荡 0.5 h 后, 用滤纸过滤至 250 mL 锥形

收稿日期: 2009-05-05 修订日期: 2009-09-15

作者简介: 方邢有 (1977-), 男, 安徽池州人, 工程师, 硕士, 从事化学分析工作。

瓶中,并用水彻底清洗残渣和滤纸。加热滤液至停止产生气泡,冷却至室温,转移至 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 30 g/L 硫酸钠溶液,用水定容至刻度,混匀后待测。

1.3 标准溶液系列配制

以硫酸-硫酸钠溶液为介质,将 1 000 mg/L 铜、铬、砷标准储备液逐级稀释配制成 0 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L 标准溶液系列。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作条件优化

固定其他参数,在 750 W ~ 1 500 W 范围内改变功率,结果表明,随着功率增加,3 种元素的谱线强度均增强,当功率增大到一定值时,信背比会下降,该试验选择高频电源功率为 1 150 W。冷却氦气流量太低或者太高,都会导致火焰不稳定,以 16 L/min 较为适宜。辅助气流量对大多数元素的谱线强度影响不大,对砷而言,1 L/min 的流量即可获得优异的紫外性能,故选择 1 L/min。雾化器压力太低,会影响检测灵敏度,压力太高又会影响雾化效果,该试验选择压力 0.14 MPa 溶液提升流量 1.85 mL/min,积分时间 40 s 效果最佳。

2.2 最佳分析线选择及干扰试验

将 3 种待测元素及汞、铁、钙、银、铝、锌、铅、镁、锰、镍、硒、锡、钠等元素的标准溶液在不同波长处扫描,得待测元素扫描轮廓图,然后将待测元素加入制备好的样品溶液,得相应的扫描峰形图。从所示谱线及背景轮廓和强度值比较得知,防腐处理后木材的浸泡液对待测元素干扰很小。该试验综合选择强度大、峰形好的谱线为最佳分析线,铜、铬、砷分别为 327.396 nm、267.716 nm、193.759 nm。

2.3 方法线性与检出限

在选定的最佳试验条件下,测定 0.500 mg/L ~ 10.0 mg/L 铜、铬、砷标准溶液系列,相关系数 r 分别为 0.999 7、0.999 6、0.999 3 线性良好。

重复测定全程序空白溶液 11 次,以空白信号测定值的 3 倍标准偏差确定方法检出限,分别为铜 0.003 mg/L、铬 0.01 mg/L、砷 0.07 mg/L。

2.4 精密度与加标回收试验

用该方法平行测定防腐处理后的木材样品,并做加标回收试验,结果见表 1。

表 1 精密度与加标回收试验结果 ($n=6$)

元素	测定值	加标量	加标后测定值	回收率	RSD
	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	%	%
铜	5.98	2.00	7.92	97.0	1.2
铬	—	2.00	2.04	102	0.5
砷	3.29	2.00	5.23	97.0	0.9

2.5 方法比对

分别用该方法与原子吸收光谱法^[5]测定 6 个木材样品,结果见表 2。

表 2 两种方法测定结果比较^①

样品	方法	mg/L		
		铜	铬	砷
1	原子吸收光谱法	12.9	28.6	101
	ICP-AES 法	12.9	28.6	101
2	原子吸收光谱法	38.3	13.0	—
	ICP-AES 法	38.3	13.0	2.36
3	原子吸收光谱法	5.22	—	73.6
	ICP-AES 法	5.26	—	73.6
4	原子吸收光谱法	—	—	—
	ICP-AES 法	—	—	—
5	原子吸收光谱法	6.02	—	—
	ICP-AES 法	5.98	—	3.29
6	原子吸收光谱法	—	—	51.1
	ICP-AES 法	—	—	51.1

①原子吸收光谱法检出限分别为铜 2 mg/L、铬 10 mg/L、砷 50 mg/L。

3 结语

采用 ICP-AES 法同时测定防腐处理后木材中可溶性铜、铬、砷,方法快速简便,灵敏度高,精密度与准确度均符合要求。

[参考文献]

- [1] Commission Directive 2003/02/EC, Relating to restrictions on the marketing and use of arsenic (tenth adaptation to technical progress to council directive 76/769/EEC) [S].
- [2] 董敏茹. 氢化物发生-ICP/AES 测定石化废水中 As、Pb、Hg [J]. 环境监测管理与技术, 2004, 16(4): 33-34
- [3] 唐信英, 郑有飞, 吴荣军, 等. 石墨炉原子吸收法测定降水中重金属 [J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20(2): 32-34
- [4] BS EN 212, Wood preservatives—General guidance on sampling and preparation for analysis of wood preservatives and treated timber [S].
- [5] BS 566-3:1991, Methods of analysis of wood preservatives treated timber Part 3 Quantitative analysis of preservatives and treated timber containing copper, chromium, arsenic formulations [S].

本栏目责任编辑 姚朝英