

doi: 10.11838/sfsc.1673-6257.19451

固相萃取 – 火焰原子吸收光谱法分析水溶肥料铬形态

韩岩松, 黄均明, 保万魁, 刘红芳, 刘 蜜, 王 旭*

(中国农业科学院农业资源与农业区划研究所, 北京 100081)

摘 要: 研究了采用阴离子交换柱吸附 Cr^{6+} , 使之与 Cr^{3+} 分离, 火焰原子吸收光谱法测定水溶肥料中水溶态 Cr^{3+} 及总铬含量, 差减法测得 Cr^{6+} 含量。分析了仪器工作条件、试液上柱流速等对实验结果的影响。结果表明, 在最优实验条件下, 水溶态总铬测定值的相对标准偏差 (RSD) 为 1.12% ~ 3.13%, 水溶态 Cr^{3+} 测定值的 RSD 为 1.93% ~ 2.93%; Cr^{3+} 的加标回收率为 98.8% ~ 104.0%, Cr^{6+} 吸附率为 97.0% ~ 102.0%, 固相萃取 – 火焰原子吸收光谱法可用于水溶肥料中铬形态的检测, 且具有成本相对较低、操作简便、重现性好等优点。

关键词: 固相萃取; 火焰原子吸收光谱法; 铬; 形态分析; 水溶肥料

铬是第四周期 VI B 族元素, 在地壳中平均含量 0.010% ~ 0.011%。自然界中的铬广泛存在于岩石、土壤、大气、水及生物体中, 可形成从 +2 到 +6 多种价态化合物, 最常见的是 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 化合物。近代医学研究表明, 不同价态的铬会产生不同的生理作用。 Cr^{3+} 是人体维持生命的必需元素, 对于维持葡萄糖^[1-2]、脂质和蛋白质的代谢具有重要作用; 而 Cr^{6+} 在生物体内有很强的流动性, 以 CrO_4^{2-} 和 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 的形态促使细胞膜氧化, 从而导致病变发生, 其毒性一般为 Cr^{3+} 毒性的 100 ~ 1 000 倍^[3]。铬的形态分布影响着铬在环境中的迁移转化规律。因此, 铬的形态分析对于环境质量评价、生态效应和致毒机理研究具有重要意义。

近年来, 国内外关于水质铬形态分析的分离和检测手段已有不少报道, 其中分离富集方法有浊点萃取 (CPE)^[4-6]、离子交换法^[7-8]、高效液相色谱法 (HPLC)^[9]、毛细管电泳 (CE)^[10] 等。由于 Cr^{6+} 和 Cr^{3+} 在水溶液中荷电性的不同, 使得离子交换法分离铬形态时具有较高的选择性, 同时离子交换分离法还具备富集倍数高、操作简单等优点。在铬形态分析的检测方法中有电化学法^[11-13]、分光光度法^[14-21]、原子光谱法^[22-23]、

中子活化分析法^[24]、色谱法^[25]、荧光法^[26] 等。其中使用最多的是原子吸收光谱法 (AAS)。与电热原子吸收光谱法 (ETAAS) 相比, 火焰原子吸收光谱法 (FAAS) 的灵敏度不是很高, 但其具有仪器便宜、操作简便、重现性好等优点, 因此得到了广泛的应用。

本实验研究了阴离子交换树脂柱对水溶肥料中水溶态 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 的分离效果, 通过优化实验条件, 实现了 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 的相互分离, 用 FAAS 法测定 Cr^{3+} 含量及总铬含量, Cr^{6+} 含量则通过差减法获得。此方法适用于仅含 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 的水溶肥料中铬形态分析。

1 材料与amp;方法

1.1 试剂

1 mg/mL Cr^{3+} 标准储备液 [GSB 04-1723-2004 (e)]、1 mg/mL Cr^{6+} 标准储备液 [GSB 04-1723-2004 (b)]: 国家有色金属及电子材料分析测试中心, 其中 Cr^{3+} 储备液为酸性介质, Cr^{6+} 储备液为水介质。

焦硫酸钾溶液 (100 g/L); 甲醇, 优级纯; PAX 60 mg, 3 mL 阴离子交换柱。

1.2 仪器

ICE 3000 Series 原子吸收分光光度计: 配备铬空心阴极灯, 灯电流 6 mA, 测定波长 357.9 nm; 乙炔燃气流量 1.4 L/min; 空气助气流量 5.5 L/min; 光谱通带 0.5 nm; 燃烧器高度 8.0 mm; 恒温振荡器。

收稿日期: 2019-09-18; 录用日期: 2019-12-27

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFF0201801)。

作者简介: 韩岩松 (1978-), 男, 北京人, 大学本科, 主要从事肥料和土壤调理剂方法研究及评价工作。E-mail: hyssfac@163.com。

通讯作者: 王旭, E-mail: wangxu29@126.com。