

ICP-OES 测定防腐木材中重金属含量

ICP-176

摘要：采用微消解法前处理样品，使用岛津电感耦合等离子体光谱仪 ICPE-9820，快速测定了防腐木材中铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡等元素的含量。实验结果表明，方法检出限在 0.075 mg/kg ~12.5 mg/kg 之间，灵敏度高；加标回收率在 91.2~102% 之间，回收率良好。该方法灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用于防腐木材中重金属含量的测定。

关键词：ICP-OES 防腐木材 全消解 重金属

虽然我国对家具中重金属含量的限制越来越严格，但是市场上仍有不少重金属超标的家具产品及原材料。原木本身并不含有毒物质，但是在被应用到工业或民用的过程中，都不同程度地进行了多重化学处理。原木在经过涂饰、防腐和阻燃等加工处理后，可能含有铅、镉、汞、铬和砷等重金属及其他化学类杂质，如防腐处理可能使用含有铬、砷元素的铜铬砷防腐剂或者铜铬硼防腐剂。目前，重金属防腐漆以其耐高温、耐磨、防水、抗龟裂、寿命长的特性，被广泛用于多种用途

的室内家具、各类木质门窗等领域。五彩斑斓的家具、门窗在使用过程中，高含量的重金属可能会对人体造成一定的危害。同时，废旧木材被回收利用的时候，以此为原料生产的产品也会对土壤资源、水资源产生不可估量的危害。

本文采用微波消解仪对样品进行前处理，使用岛津电感耦合等离子体光谱仪（ICPE-9820），快速测定了防腐木材中铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡元素的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体光谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用盐酸为优级纯；实验用水为去离子水。

多元素标准溶液（20 mg/L），美国 AccuStandard；

As、Cr、Hg 和 Au 元素单标溶液（1000 mg/L），美国 AccuStandard。

1.3 样品前处理

准确称取 0.2 g 样品于聚四氟消解罐中，加入 5 mL HNO₃、2 mL H₂O₂、2 mL HCl，置于微波消解仪中消解，待消解结束，用超纯水转移至 50 mL 容量瓶，加入 1000 ppm 的 Au 溶液 20 μL 作为稳定剂，用超纯水定容至刻度。摇匀，用 0.45μm 滤膜过滤，待测。

1.4 仪器参数

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

用 10% HNO_3 配制多元素混合标准曲线，浓度分别为：0、0.050、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00 mg/L，加配 As 和 Cr 混合标准溶液，浓度为 50.0 mg/L；用 10% HNO_3 配制 Hg 标准曲线，浓度分别为：0、0.10、0.20、0.50 mg/L，加入 1000 ppm 的 Au 溶液 20 μL 作为稳定剂。根据样品的实际浓度选择标准曲线的范围，浓度见表 2。

表 2 分析元素波长及标准溶液浓度

分析元素	波长 (nm)	观测方向	标准曲线浓度 (mg/L)								
			STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD9	
As	193.759	轴向	0	0.050	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	50.0	
Ba	455.403	纵向	0	0.050	0.10	0.20	0.50	1.00	---	---	
Cd	226.502	轴向	0	0.050	0.10	0.20	0.50	---	---	---	
Cr	267.716	纵向	0	0.050	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	50.0	
Hg	194.227	轴向	0	0.10	0.20	0.50	---	---	---	---	
Pb	220.353	轴向	0	0.050	0.10	0.20	0.50	1.00	---	---	
Sb	206.833	轴向	0	---	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	---	
Se	196.090	轴向	0	---	0.10	0.20	0.50	1.00	---	---	

2.2 元素标准曲线和轮廓图

部分元素标准曲线图和轮廓图如下：

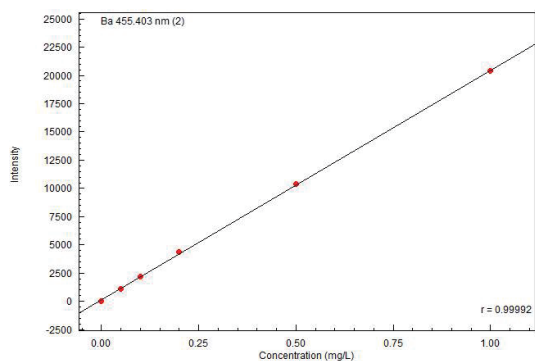


图 1 Ba 元素的标准曲线图

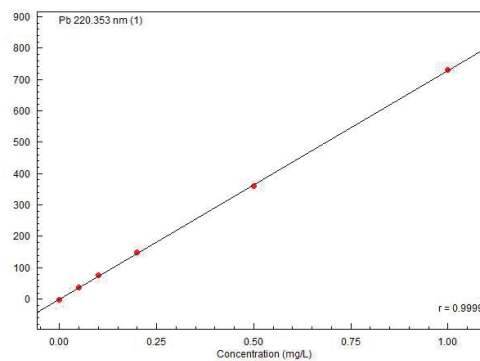


图 2 Pb 元素的标准曲线图

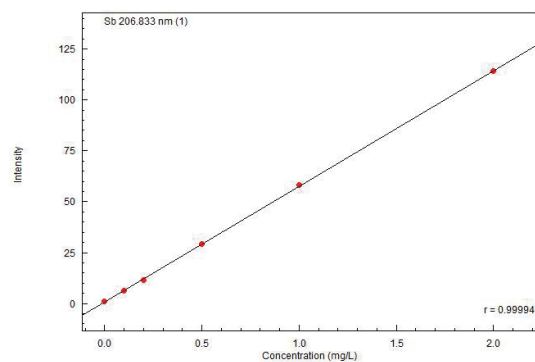


图 3 Sb 元素的标准曲线图

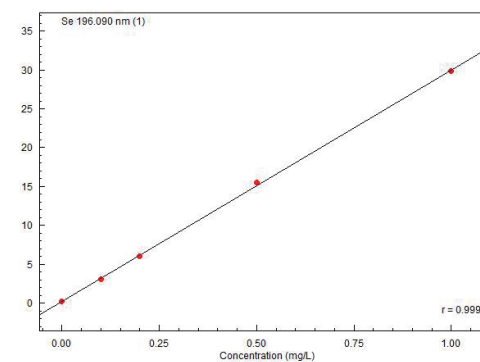


图 4 Se 元素的标准曲线图

软件后处理功能强大，根据内置谱库信息和样品全谱扫描信息，自动推荐干扰较少，灵敏度高的波长，作为最佳分析波长（Best）。

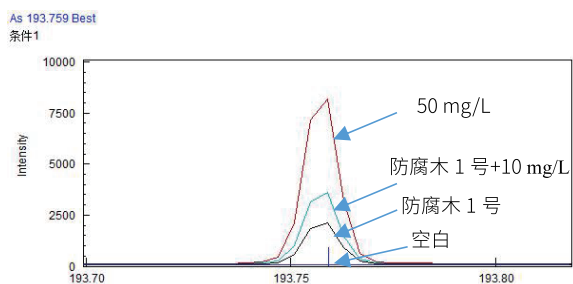


图 5 As 元素谱峰轮廓图

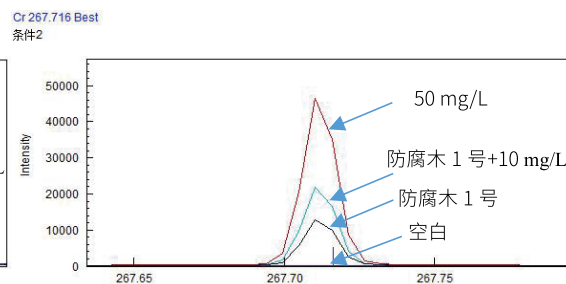


图 6 Cr 元素谱峰轮廓图

2.3 方法检出限

对空白溶液进行 6 次测定，以测定结果的 3 倍标准偏差计算检出限，按照称量 0.20 g 定容至 50 mL 计算得到该方法的检出限，详细结果如表 3。

表 3 各元素的方法检出限

元素	仪器检出限 (mg/L)	方法定量限 (mg/kg)
As	0.008	2.00
Ba	0.0007	0.18
Cd	0.0003	0.075
Cr	0.0009	0.23
Hg	0.02	5.00
Pb	0.005	1.25
Sb	0.04	10.0
Se	0.05	12.5

2.4 样品分析结果

按照“1.3 样品前处理”将样品处理后，使用 ICPE-9820 依次测定标准溶液和样品，测定结果见表 4。加标回收率为在 91.2~102% 之间，回收率良好。

表 4 防腐木材实验结果

元素	防腐木材 1 号				防腐木材 2 号			
	测定结果 (mg/L)	含量 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	回收率 (%)	测定结果 (mg/L)	含量 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	回收率 (%)
As	12.5	3.13x10 ³	10.0	92.0	27.9	6.98x10 ³	10.0	94.0
Ba	0.0008	0.20	0.50	100	0.0032	0.80	0.50	102
Cd	0.058	14.5	0.50	99.4	0.12	30.0	0.50	98.4
Cr	13.9	3.48x10 ³	10.0	94.0	29.3	7.33x10 ³	10.0	101
Hg	N.D.	---	0.50	91.2	N.D.	---	0.50	94.0
Pb	N.D.	---	0.50	97.8	N.D.	---	0.50	96.6
Sb	0.46	115	0.50	96.2	1.13	283	0.50	100
Se	N.D.	---	0.50	97.9	N.D.	---	0.50	99.8

备注：N.D. 表示未检出

■ 结论

采用微波消解仪前处理样品，使用岛津电感耦合等离子体光谱仪（ICPE-9820），快速测定了防腐木材中铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡元素的含量。该方法灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用防腐木材中多元素含量检测。同时，软件后处理功能强大，自动推荐最佳波长，保证了测定结果的准确度和精密度。

岛津应用云

