

微波消解-石墨炉原子吸收测定土壤中的铅、镉含量

贾腾, 陈硕, 张绍辉, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 使用石墨炉原子吸收测定土壤中的铅、镉含量, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 石墨炉;微波消解

土壤中的污染物来源广、种类多, 一般可分为无机污染物和有机污染物。无机污染物以重金属为主, 如镉、汞、砷、铅、铬、铜、锌、镍等。土壤中重金属元素的检测方法主要有 ICP、ICP-MS、AFS、AAS 等, 此类方法对样品前处理要求很高。

微波消解作为一种先进、高效的样品处理方法, 能够很好地满足土壤重金属分析对样品处理过程的要求: 酸用量小, 空白低; 消解速度快, 高效; 能防止消解过程中引入污染和易挥发元素的损失, 提高测定的准确性; 自动化控制, 环境友好。本实验利用微波消解作为土壤重金属检测的前处理手段, 对土壤样品中的铅、镉含量进行测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

新仪 TANK 系列微波消解仪、原子吸收光度计、赶酸仪、玻璃器皿等。

1.2 试剂

高氯酸 (70%, GR)、硝酸 (70%, GR)、盐酸 (37%, GR)、氢氟酸 (40%, GR)、铅标液 (GSB04-1742-2004)、镉标液 (GSB04-1721-2004)、去离子水等。

2 实验方法

2.1 样品制备

将采集的土壤样品风干, 去除异物并研磨, 过 100 目筛后保存待用。取 8 组上述土壤样品 0.3g, 精确到 0.0001g, 并准确记录。



2.2 微波消解

样品放入消解罐，同时准备 2 份样品空白。向消解罐中分别加入 6mL 硝酸，3mL 氢氟酸，3mL 盐酸和 2mL 高氯酸，组装好后放入消解仪，设置消解参数，进行消解：

罐数 (个)	温度 (°C)	升温时间 (min)	保温时间 (min)	压力 (psi)
10	200	15	20	500

待冷却后，取出内罐，用赶酸器 160°C 赶酸至近干，转入 50mL 容量瓶，纯水定容。

2.3 配置标准溶液

铅标液	浓度/ng·mL ⁻¹	硝酸/mL	铅标准贮备液/μL	定容体积/mL
S1	0.0	0.5	0.0	50
S2	20.0	0.5	2.0	50
S3	40.0	0.5	4.0	50
S4	60.0	0.5	6.0	50
S5	80.0	0.5	8.0	50
S6	100.0	0.5	10.0	50

铅和镉系列标准溶液按照如下浓度梯度进行配置：

镉标液	浓度/ng·mL ⁻¹	硝酸/mL	镉标准贮备液/μL	定容体积/mL
S1	0.0	0.5	0.0	50
S2	1.0	0.5	0.1	50
S3	2.0	0.5	0.2	50
S4	3.0	0.5	0.3	50
S5	4.0	0.5	0.4	50
S6	5.0	0.5	0.5	50

2.4 标准曲线

石墨炉法测土壤中铅含量的参数设置及升温程序如下：

序号	温度 (°C)	升温时间 (s)	保温时间 (s)
1	90	5	10
2	120	5	10
3	500	5	5
4	1700	0	2
5	1800	1	2

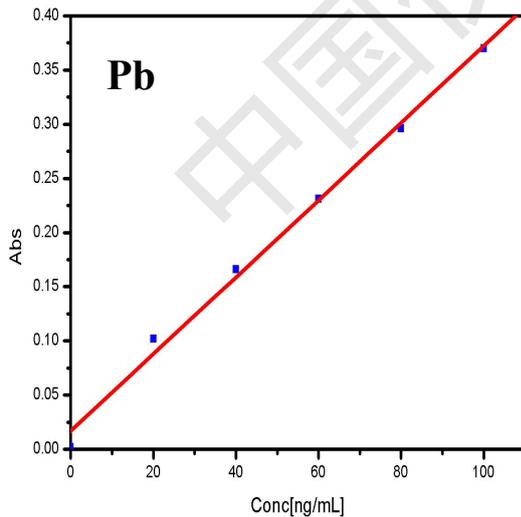
波长 283.3nm，光谱带宽 0.4nm，灯电流 2 mA，进样体积 10 μ L，采用峰面积计算方法。

石墨炉法测土壤中镉含量的参数设置及升温程序如下：

序号	温度 (°C)	升温时间 (s)	保温时间 (s)
1	100	5	10
2	600	5	10
3	1900	0	3
4	2000	1	2

波长 228.8nm，光谱带宽 0.4nm，灯电流 2 mA，进样体积 10 μ L，采用峰面积计算方法。

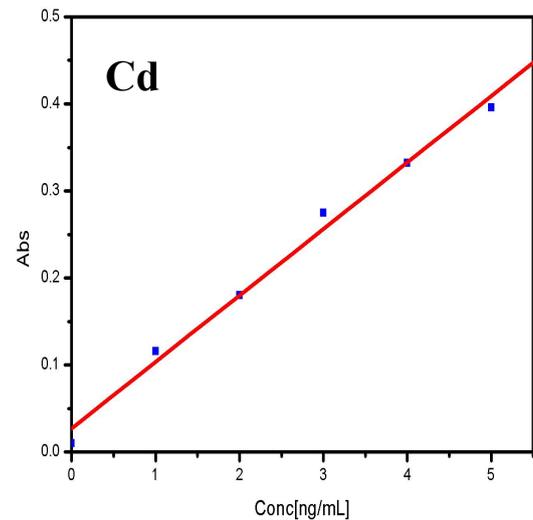
得到 Pb 和 Cd 的标准曲线如下：



曲线方程：[A]=K₁[C]+K₀

K₁=0.0036, K₀=0.0169

线性相关系数：0.99718



曲线方程：[A]=K₁[C]+K₀

K₁=0.0764, K₀=0.0272

线性相关系数：0.99528

3 结果与讨论

3.1 测试结果

元素	试均值 (ng·mL ⁻¹)	n=6	RSD (%)
Pb	24.70		3.8
Cd	1.31		2.7

3.2 加标回收率

元素	本底值 (ng·mL ⁻¹)	加标量 (ng·mL ⁻¹)	实测值 (ng·mL ⁻¹)	回收率 (%)
Cd	1.26	2.00	3.13	93.5
	1.37	2.00	3.22	92.5
	1.35	2.00	3.21	93.0

元素	本底值 (ng·mL ⁻¹)	加标量 (ng·mL ⁻¹)	实测值 (ng·mL ⁻¹)	回收率 (%)
Pb	24.13	20.00	43.59	97.3
	25.02	20.00	44.38	96.8
	24.77	20.00	44.35	97.9

3.3 结论

利用微波消解-石墨炉原子吸收法测得采集的土壤样品中, Pb 含量为 4.0mg/kg, RSD 为 3.8%, 回收率 96.8%—97.9%; Cd 含量为 0.22mg/kg, RSD 为 2.7%, 回收率 92.5%—93.5%。整个过程快速准确, 样品测定平行性良好, 加标回收率也令人满意。

参考文献:

- [1] HJ 832-2017 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法[S].
- [2] GB/T 17141-1997 土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法[S].