微波消解-石墨炉原子吸收测定土壤中的铅、镉含量

1、前言

2016 年 5 月 28 日，国务院印发了《土壤污染防治行动计划》，简称“土十条”。这一计划的发布可以说是这个土壤修复事业的里程碑事件。土壤是经济社会可持续发展的物质基础，关系人民群众身体健康，关系美丽中国建设，保护好土壤环境是推进生态文明建设和维护国家生态安全的重要内容。当前，我国土壤环境总体状况堪忧，部分地区污染较为严重，已成为全面建成小康社会的突出短板之一，所以土十条针对我国土壤污染状况提出了防治工作的总体要求和目标。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。根据《全国土壤污染状况详查土壤样品分析测试方法技术规定》,土壤中重金属元素的检测方法主要有 ICP、ICP-MS、AFS、AAS 等，与滴定分析法、重量分析法相比，具有灵敏度高、选择性好、检测快速、操作简便、应用广泛等特点。但是前处理过程繁琐且要求较高，需要将待测样品溶解为无色澄清透明的溶液。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，更节约、空白低； 消解速度快，省时省力；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；容易实现自动化控制；环境友好，对人身和仪器伤害小。

本实验利用微波消解作为土壤重金属检测的前处理手段，依据标准 HJ 832-2017 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法和 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，对土壤样品中的铅、镉含量进行测定。

2、仪器与试剂

TANK 微波消解仪、普析原子吸收光度计、赶酸仪、玻璃仪器等；

高氯酸（70%，GR）、硝酸（70%，GR）、盐酸（37%，GR）、氢氟酸（40%，GR）、铅标液（GSB 04-1742-2004）、镉标液（GSB 04-1721-2004）、去离子水等。

3、实验方法

3.1 取样

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。

3.2 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/℃	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℃赶酸至近干，转入 50mL 容量瓶，纯水定容。

3.3 标准溶液

铅和镉系列标准溶液按照如下浓度梯度进行配置：

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
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

3.4 原子吸收石墨炉法

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/℃	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

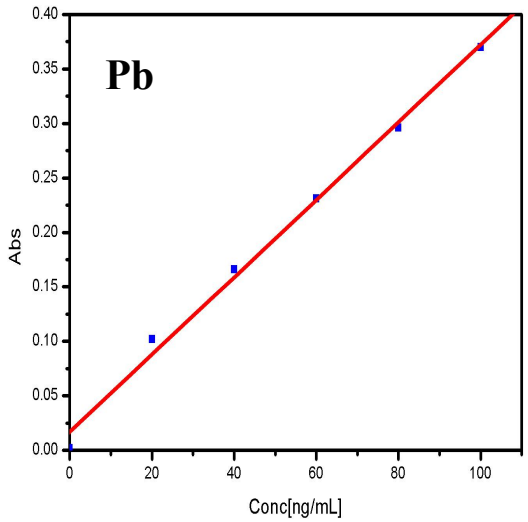
波长 283.3nm，光谱带宽 0.4nm，灯电流 2 mA，进样体积 10μL，采用峰面积计算方法。

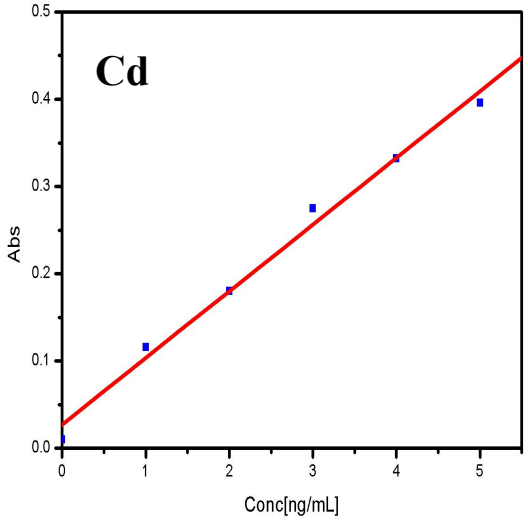
石墨炉法测土壤中镉含量的参数设置及升温程序如下：

序号	温度/℃	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 10μL，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：$[A]=K_1[C]+K_0$

K_1=0.0036，K_0=0.0169

线性相关系数：0.99718

曲线方程：$[A]=K_1[C]+K_0$

K_1=0.0764，K_0=0.0272

线性相关系数：0.99528

3.5 加标回收率

样品 Pb 含量/ng·mL^{-1}	标准添加量/ng·mL^{-1}	测定总值/ng·mL^{-1}	回收率/%	RSD/%
24.7	20	44.3	98	1.8
样品 Cd 含量/ng·mL^{-1}	标准添加量/ng·mL^{-1}	测定总值/ng·mL^{-1}	回收率/%	RSD/%
1.3	2.0	3.16	93	2.7

4、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，回收率 98%，RSD 为 1.8%；Cd 含量为 0.22mg/kg，回收率 93%，RSD 为 2.7%。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。