

# 石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中的Pb实验方法探究

李彬

文山州绿色食品发展中心 云南 文山 663000

**[摘要]**应用石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中的Pb。使用电热板消解法对土壤样品进行前处理,确定最佳酸比例及消解时间。此方法在只使用硝酸和氢氟酸的情况下在较短时间内完成样品前处理,且检测结果的准确度和精密度较好,此法也具有很好的经济效益和环境效益,值得推广应用。

**[关键词]**Pb; 土壤样品; 石墨炉原子吸收光谱法; 电热板消解法

**[DOI]** 10.12252/j.issn.2096-627X.2021.09.188

## 1 引言

铅是一种重金属,它广泛存在于我们的生活环境中,不仅土壤中铅的存在,食品加工的防腐剂以及化妆品中都有铅的存在长期接触含铅量高的化妆品易引起人体慢性铅中毒<sup>[1]</sup>。目前,全球每年铅的平均排放量约为500万吨。其中大部分都进入到土壤中,也使之成为最严重的污染元素之一。

土壤样品中测定Pb元素的前处理方法有干法和湿法消解,在土壤前处理过程中通常我们采用混合酸湿法消解,即硝酸-盐酸-氢氟酸-高氯酸消解四酸消解体系、硝酸-盐酸-氢氟酸三酸消解体系、硝酸-氢氟酸-双氧水微波消解高氯酸赶酸体系<sup>[2-3]</sup>。以上不同的酸消解体系在土壤前处理过程中多次被运用,他们虽然经典但消解时间长,操作复杂,且由于消解中需要加入大量的硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸等试剂,在应用石墨炉原子吸收法测定土壤Pb时氢氟酸和高氯酸会产生较高的背景值,消解赶酸不完全或试剂纯度不高,较高的背景值会导致测定值偏高或测定值为负值,影响测定结果。本实验采用硝酸和氢氟酸电热板直接加热法消解土壤标准品,消解后采用石墨炉原子吸收法测定,与国标方法(GB/T 17141-1997)采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸全消解的方法<sup>[4-5]</sup>比较。本实验消解效率高,测定值的准确度和精密度好,酸耗较少对环境友好。

## 2 实验部分

### 2.1 主要仪器设备

PE 900T原子吸收分光光度计(PerkinElmer公司),赛多利斯SQP 万分之一天平(赛多利斯科学仪器(北京)),谷宁GN-450D 电热板(上海谷宁),铅元素空心阴极灯。

### 2.2 试剂

GSS-8土壤标准样品,地矿部物化探所、测试所,硝酸

(NH<sub>3</sub>) (优级纯),氢氟酸(HF) (优级纯),磷酸二氢铵,去离子水,Pb标准溶液1000mg/L。

### 2.3 土壤样品前处理

#### 2.3.1 不同酸比列样品前处理

分别称取三组0.3000g (±0.0001) GSS-8标准土壤样品于聚四氟乙烯坩埚中,每组取六份。分别采用HN<sub>3</sub>+HF(3+1)、HN<sub>3</sub>+HF(1+3)、HN<sub>3</sub>+HF(1+1)三种不同酸组合对土样进行消解处理,同时做试剂空白实验。放在电热板上160℃条件下消解30min后取坩埚盖,220℃赶酸至近干,冷却10min后加入0.5mlHN<sub>3</sub>和3ml去离子水,在电热板上加热至微沸,取下冷却,用去离子水定容至50ml,静置,待测,确定最优酸比列。

#### 2.3.2 不同消解时间样品前处理

分别称取五组0.3000g (±0.0001) GSS-8标准土壤样品于聚四氟乙烯坩埚中,每组六份。在HN<sub>3</sub>+HF(1+1)体系条件下,放在电热板上160℃条件下消解30、60、90、120、150min后取坩埚盖,220℃赶酸至近干,冷却10min后加入0.5ml HN<sub>3</sub>和3ml去离子水,在电热板上加热至微沸,取下冷却,用去离子水定容至50ml,静置,待测,确定佳消解时间。

#### 2.3.3 不同消解温度样品前处理

分别称取五组称取0.3000g (±0.0001) GSS-8标准土壤样品于聚四氟乙烯坩埚中,每组六份。在HN<sub>3</sub>+HF(1+1)体系条件下,放在电热板上80、120、160、200、240℃条件下消解30min后取坩埚盖,220℃赶酸至近干,冷却10min后加入0.5mlHN<sub>3</sub>和3ml去离子水,在电热板上加热至微沸,取下冷却,用去离子水定容至50ml,静置,待测,确定最佳消解温度。

## 3 实验结果分析

表一 不同比列标准土样GSS8测定值及准确度和精密度

标准土样	HN <sub>3</sub> +HF(1+3)	HN <sub>3</sub> +HF(3+1)	HN <sub>3</sub> +HF(1+1) (mL)
GSS8-1	20.0	22.4	22.3
GSS8-2	20.4	21.2	22.4
GSS8-3	20.0	22.1	22.7
GSS8-4	20.1	21.0	22.3
GSS8-5	20.0	22.1	22.6
GSS8-6	20.5	21.1	22.4
平均结果 (mg/Kg)	20.2	21.6	22.5
相对标准偏差 (%)	1.43	2.86	0.770
标物参考值 (mg/Kg)	21±2		

表二 不同消解温度标准土样GSS8测定值及准确度和精密度

标准土样	30	60	90	120	160 (min)
GSS8-1	22.0	19.6	22.9	21.7	20.6
GSS8-2	21.8	19.8	23.2	21.7	20.7
GSS8-3	21.8	19.7	22.9	21.5	20.6
GSS8-4	21.7	20.8	20.5	21.4	21.0
GSS8-5	21.8	20.7	20.3	21.7	20.7
GSS8-6	21.7	20.9	20.1	21.2	20.8
平均结果 (mg/Kg)	21.8	20.3	21.7	21.5	20.7
相对标准偏差/%	0.502	3.01	6.86	0.976	0.748
标物参考值 (mg/Kg)	21±2				

表三 不同消解时间标准土样GSS8测定值及准确度和精密度

标准土样	80	120	160	200	240 (°C)
GSS8-1	20.6	20.9	20.2	20.8	18.5
GSS8-2	20.6	21.1	19.9	20.6	18.7
GSS8-3	20.1	21.6	20.0	20.5	19.1
GSS8-4	20.7	21.7	20.1	21.2	19.6
GSS8-5	21.2	21.0	20.2	20.7	19.3
GSS8-6	21.0	20.6	19.8	20.9	19.6
平均结果 (mg/Kg)	20.7	21.1	20.0	20.8	19.1
相对标准偏差/%	1.83	2.02	0.837	1.20	2.41
标物参考值 (mg/Kg)	21±2				

根据检测结果表一、表二可以看出,采用酸比列为 $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (1+1)消解样品测得Pb的结果在标物参考值范围内,说明测量结果准确度高,相对标准偏差为0.770%,相对标准偏差较小,精密度高,测定结果较好。而采用酸比列为 $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (1+3)和 $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (3+1)消解土样后测得的Pb含量虽然在标物参考值范围内,但相对标准偏差较大,测定值波动较大。结果表明,采用 $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (1+1)消解后的效果较好,同时减少酸的使用量。使用不同的消解时间对样品进行消解,测得Pb含量均在标物参考值范围内,从测定结果可以看出在30min后样品能消解完全,尤其在30min时相对标准偏差较小。

由表三可以看出,消解温度为160℃时,测得Pb含量为20.0mg/Kg在标物参考值范围内,且相对标准偏差为0.837%相对较小。消解温度为80、120及200℃时Pb的准确度高,但相对标准偏差相对较大。消解温度为240℃时Pb准确度较差,消解效果不理想,可能由于消解温度过高,酸挥发较快,从而导致消解不完全,影响测定结果。

综合上述从时间和经济成本考虑,土样样品在酸比列为 $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (1+1)、消解时间为30min时、消解温度为160℃时,可以达到较好的实验结果。

### 结束语

应用石墨炉原子吸收光谱法来测定土壤中的Pb和电热板消解法在只使用硝酸和氢氟酸对土壤样品进行消解能快速准确的测定土壤中Pb,开创了一条测定土壤金属元素的新路,与传统的湿法消解相比,避免了大量使用酸试剂带来高背景值干扰影响结果的准确度,缩短样品的消解时间和测定时间,测定结果的准确度和精密度都很好,同时此方法也具有很好的经济效益和环境效益,值得推广。

### 参考文献

- [1]方奕文.国内化妆品中铅的测定方法[J].光谱实验室,2001,18(3):356-359.
- [2]王晓雯.不同消解方法在土壤重金属测定中的比较研究[J].中国环境管理干部学院学报,2014(6):66-68.
- [3]方亚敏,朱圆圆,茅建人.国标测定土壤中铅测定方法改进探讨[J].广东微量元素科学,2012,19(2):55-59.
- [4]李海峰,王庆仁,宋永官,等.土壤重金属测定两种前处理方法的比较[J].环境化学,2006,(1):5.
- [5]国家环境保护局.GB 15618-1995土壤环境质量标准[S].北京:中国标准出版社,1995.