

## 应用方案 | 土壤铅、镉元素的测定 | 石墨炉原子吸收分光光度法

关键词：土壤铅、镉元素；石墨炉；原子吸收分光光度法；美析仪器：[www.macylab.com](http://www.macylab.com);

参考标准：GB/T17141-1997

### 一、实验方法

#### 1. 主要仪器与试剂

- 1.1 AA-1800S 型石墨炉原子吸收分光光度计（上海美析仪器有限公司）
- 1.2 电热板, 配套使用 50ml 聚四氟乙烯坩埚。
- 1.3 盐酸，优级纯。
- 1.4 硝酸，优级纯。
- 1.5 氢氟酸，优级纯。
- 1.6 高氯酸，优级纯。
- 1.7 磷酸氢二铵：优级纯，水溶液，质量分数为 5%。
- 1.8 铅标准贮备溶液：浓度为 500mg/L（环保部标准物质研究所提供）。
- 1.9 镉标准贮备溶液：浓度为 100mg/L（环保部标准物质研究所提供）。
- 1.10 铅、镉混合标准溶液，铅、镉的浓度分别为 250、5  $\mu\text{g/L}$ ：临用前，将标准贮备溶液用 0.2%硝酸逐级稀释配制。

### 2. 实验步骤

#### 2.1 样品预处理

准确称取 0.1~0.3g (精确到 0.0002g) 土样于 50mL 聚四氟乙烯坩埚中，用少量水润湿，加入盐酸 10mL，于通风厨内低温加热，当蒸发至 3mL 时，取下稍冷，然后加入 5mL 硝酸，5mL 氢氟酸，1mL 高氯酸，加盖后于电热板上中温加热。2 小时后，开盖，继续加热除硅，至冒白烟时，加盖，使黑色有机碳化合物分解。待黑色有机物消失后，开盖驱赶白烟并蒸至内容物呈粘稠状，取下稍冷，用水冲洗坩埚盖和内壁，并加入 1ml (1+5) 硝酸温热溶解残渣。然后将溶液转移至 25ml 容量瓶中，加入 3ml 磷酸氢二铵溶液冷却后定容，摇匀备测。用去离子水代替试样，按试样相同的步骤，制备实验室空白试样。

#### 2.2 样品测定

2.2.1 参考仪器条件如下:

元素	波长, nm	狭缝, nm	灯电流, mA	氩气流量, L/min	干燥	灰化	原子化	清洗
Pb	283.3	0.5	2.0	0.3	85-120℃/25S	700℃/25S	2000℃/2.9S	2600℃/2S
Cd	228.8	0.5	3.0	0.3	85-120℃/30S	500℃/30S	1800℃/2.8S	2600℃/2S

### 2.2.2 标准曲线的绘制

准确移取铅、镉混合标准使用液 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00ml 于 25ml 容量瓶中，加入 3.0ml 磷酸氢二铵溶液，用 0.2%硝酸定容至刻度，摇匀。该标准溶液含铅 0、5.0、10.0、20.0、30.0、50.0  $\mu\text{g/L}$ ，含 Cd 标准系列浓度为 0.00、0.100、0.200、0.400、0.600、1.00  $\mu\text{g/L}$ 。按照参考仪器条件，由低浓度到高浓度依次向石墨管内加入 20  $\mu\text{L}$  标准溶液，测量吸光值。以相应吸光度为纵坐标，以浓度为横坐标，绘制校准曲线。

2.2.3 样品溶液的测定按标准曲线绘制相同的步骤进行样品分析，测定各样品及相应空白的吸光度  $A$ 。

## 二、标准曲线

### 1 Pb 元素

测试类别	标准系列						
标准系列编号	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7
混合标准溶液, ml	0.00	0.50	1.00	2.00	2.50	3.00	4.00
Pb 浓度, $\mu\text{g/L}$	0	5.00	10.0	20.0	25.0	30.0	40.0
吸光度	0.0059	0.0426	0.0748	0.1407	0.1694	0.2006	0.2678
标准曲线: $y=0.0065x+0.0087$ , $r=0.9998$							

## 2 Cd 元素

测试类别	标准系列					
标准系列编号	C1	C2	C3	C4	C5	C6
混合标准溶液, ml	0.00	0.50	1.00	3.50	5.00	6.00
Cd 浓度, $\mu\text{g/L}$	0.000	0.100	0.200	0.700	1.00	1.20
吸光度	0.0043	0.0126	0.0212	0.0678	0.0933	0.1073
标准曲线: $y=0.0876x+0.0044$ , $r=0.9994$						

### 三、方法检出限

#### 方法检出限测试数据

平行样品编号	Pb	Cd
1	2.31	0.043
2	1.97	0.043
3	1.88	0.019
4	1.54	0.012
5	1.38	0.041
6	1.46	0.016
7	1.34	0.015
平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	1.70	0.027
标准偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.36	0.015
值	3.143	3.143
检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	1.13	0.047
检出限 ( $\text{mg/kg}$ )	0.1	0.01

注：1) 实验室空白试样中，铅、镉都有检出。按照 HJ 168-2010 的要求，按照样品分析的全部步骤，重复 7 次空白试验，计算标准偏差及检出限。

2) 按称取 0.2000g 试样消解定容至 25ml 计算。

四、方法精密度

Pb 精密度验证测试数据

平行样品编号		试 样		备注
		含量1	含量2	
测定结果 (mg/kg)	1	15.5	36.6	
	2	13.3	37.0	
	3	16.3	36.3	
	4	16.1	37.9	
	5	16.2	38.0	
	6	15.7	39.3	
平均值( mg/kg)		15.5	37.5	
标准偏差 (mg/kg)		1.2	1.1	
相对标准偏差RSD (%)		7.4	2.9	

Cd 精密度验证测试数据

平行样品编号		试 样		备注
		含量1	含量2	
测定结果 (mg/kg)	1	0.273	0.698	
	2	0.268	0.681	
	3	0.260	0.544	
	4	0.289	0.674	
	5	0.268	0.627	
	6	0.251	0.652	
平均值( mg/kg)		0.268	0.646	
标准偏差 (mg/kg)		0.013	0.056	
相对标准偏差RSD (%)		4.8	8.6	

五、方法准确度

选择有证标准物质进行准确度验证。

Pb 准确度验证测试数据

有证标准物质编号		GSS17	ESS4	备注
测定结果 (mg/kg)	1	18.4	19.6	
	2	17.2	22.6	
	3	18.3	21.5	
	4	18.1	20.8	
	5	18.7	23.6	
	6	18.5	21.1	
平均值 (mg/kg)		18.2	21.5	
有证标物浓度 (mg/kg)		17.4±1.1	22.6±1.7	
相对误差，%		4.4	-4.9	

Cd 准确度验证测试数据

有证标准物质编号		ESS3	GSS4	备注
测定结果 (μg)	1	0.050	0.362	
	2	0.050	0.367	
	3	0.047	0.362	
	4	0.050	0.370	
	5	0.046	0.374	
	6	0.050	0.373	
平均值 (mg/kg)		0.049	0.368	
有证标物浓度 (mg/kg)		0.044±0.014	0.35±0.06	
相对误差，%		11.4	5.1	

六、结论

通过实验确定：用石墨炉原子吸收分光光度法测定土壤中铅、镉，方法检出限分别为 0.1mg/kg（铅）及 0.01mg/kg（镉）。平行样 6 次相对标准偏差（RSD）为 2.9%~7.4%（铅）

及 4.8%~8.6%（镉）。标准物质测定值均在标准值范围内。方法检出限、线性、精密度和准确度能达到方法标准的要求。

## 七、关于我们

上海美析仪器有限公司(以下简称美析)，是一家具有自主知识产权的高新技术企业，美析的创业理念“科技——因你改变”，并以此为企业宗旨，不断探究、果敢创新。特别是在分析测试仪器领域，不断开发出先进的产品，使美析成为优质仪器资源的供应者。



美析主营光谱类仪器：可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS，生命科学仪器：超微量分光光度计、全自动核酸提取仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。