

原子吸收光谱仪

作者：

公丕涛

珀金埃尔默中国无机产品专家

快速消解-石墨炉 测试土壤中的铅 镉铍

介绍

土壤是岩石圈表面的疏松表层,是人类赖以生存的自然环境和农业生产的重要资源,随着工业、城市污染的加剧和农用化学肥料的使用,土壤重金属污染日益加重,导致土壤中一些有害元素持续升高,被植物吸收后,最终进入人体,损害人体的健康。

土壤中主要的污染一部分来自重金属污染,土壤重金属污染指的是土壤重金属含量明显高于其自然背景含量,土壤中铅、镉、铍的污染较为突出,以至于镉的污染形成了有毒的镉米,进而导致无法食用。因此,土壤中铅镉铍的检测是目前土壤重金属污染的主要指标。

目前国标分析方法中,石墨炉分析土壤重金属中的铅、镉、铍主要的消解方式为湿法消解、微波消解等,但是该方法存在耗时长、耗酸量大、交叉污染严重、对环境友好性差的缺陷,而使得繁重,数据可靠性差等。鉴于以上原因,珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司针对目前存在的问题,借鉴了国标中的湿法消解并且结合EPA METHOD 3050B中消解方式开发出了快速消解方法,采用珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司生产的PinAAcle 900T型原子吸收光谱仪能够快速准确的测定土壤中的铍、镉、铅。

实验条件

样品制备

选取土壤标准物质GSS-2、GSS-12、GSS-20和GSS-26 4个标准土壤样品，分别准确称取0.25xxg土壤样品于50.0mL的PP离心管中，依次加入UPS级硝酸1.0mL、盐酸1.0mL和氢氟酸2.0mL，每个样品做2份平行样，将盛有样品的PP离心管放入配有数字式控制器的石墨消解器(货号：N9300803/N9300809)中(见图1)，在120℃条件下消解1h，拿下后用去离子水定容至50mL，然后在离心机上用6000rpm/min的转速离心5min，上机测定。



图1 配有数字式控制器的石墨消解器

仪器

测量使用PerkinElmer® PinAAcle™ 900T原子吸收光谱仪(见图2)，配以AS 900石墨炉自动进样器，以及用于原子吸收的Syngistix®软件，在微软公司Windows™7操作系统中运行。PerkinElmer PinAAcle 900T具有高效的，真正意义的双光束光学系统和固态检测器，可以提供卓越的信噪比。整个系统的特点为：采用最新的分析技术恒温平台石墨炉(STPF)™技术和横向加热纵向塞曼扣背景进行石墨炉分析，使用偏振光学系统消除多余的光，磁场方向与光路方向平行，避免使用偏振镜，提高了光通量；横向加热石墨原子化器(THGA)技术可以在整个石墨管长度上提供均匀一致的温度，使得较难分析的高温元素Al、Mo、Ba、Be等也能准确测定、从容应对。



图2 PerkinElmer PinAAcle™ 900T原子吸收分光光度计配以AS 900石墨炉自动进样器

样品分析

采用珀金埃尔默公司生产的Pb、Cd和Be单元素标准溶液配置成所需浓度的储备液，并且使用硝酸钡(货号：B0190635)作为基体改进剂，分析条件和石墨炉升温程序分别见表1和表2。

分析元素	Be	Cd	Pb
波长(nm)	234.86	228.80	283.31
狭缝(nm)	0.7	0.7	0.7
灯	HCL	HCL	HCL
信号处理方式	峰面积	峰面积	峰面积
读数时间(s)	5	5	5
基体改进剂	硝酸钡	硝酸钡	硝酸钡
基体改进剂体积(ul)	5	5	5
曲线方程	标准加入法校准	标准加入法校准	标准加入法校准

表1 PinAAcle 900T分析土壤中铅镉铍条件

分析元素	Be		
升温程序	温度℃	爬升时间(s)	持续时间(s)
干燥	110	5	20
干燥	150	20	30
灰化	1400	10	20
原子化	2400	0	5
除残	2500	1	5

Cd			Pb		
温度℃	爬升时间(s)	持续时间(s)	温度℃	爬升时间(s)	持续时间(s)
110	5	20	110	5	20
150	20	30	150	20	30
500	10	20	900	10	20
1500	0	5	1900	0	5
2500	1	5	2500	1	5

表2 PinAAcle 900T分析土壤中铅镉铍升温程序

结果与讨论

快速消解法通过混合酸加热回流的方法对土壤样品进行消解，并没有使用高沸点酸进行酸和硅的挥发。随机选取的4个GSS标准土壤样品快速消解后每一种元素取一个混合基体，采用标准加入法校准对所有样品进行测试，所有元素曲线 $r^2>0.999$ (见图3)，标准土壤样品测定值均在标准值范围内 (见表3)。

土壤快速消解完全满足对土壤样品铅、镉、铍的检测，PinAAcle 900T采用横向加热原子化技术纵向塞曼背景校正技术，CCD检测器，恒温平台石墨炉 (STPF) 技术，这些都有助于检测复杂基体中的重金属元素。土壤快速消解法结合独特的PinAAcle 900T技术，与传统的湿法消解和微波消解相比，可以节省大量的时间，并且无需赶酸，对环境友好，测定结果准确可靠。

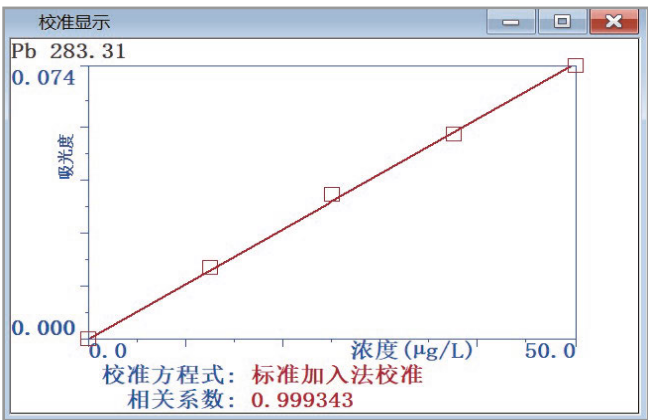
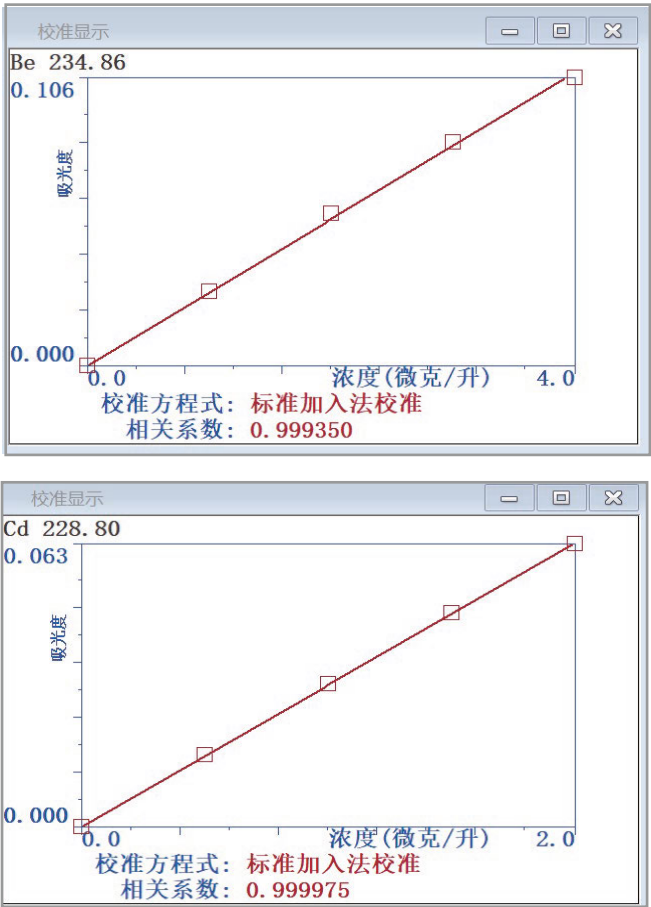


图3 PinAAcle 900T分析土壤中铅镉铍校准曲线

样品	Be (mg/kg)		Cd (mg/kg)	
	参考值	测定平均值	参考值	测定平均值
GSS-2	1.8±0.2	1.75	0.071±0.014	0.069
GSS-12	2.04±0.6	2.00	0.15±0.2	0.143
GSS-20	1.3±0.1	1.26	0.108±0.011	0.101
GSS-26	1.9±0.1	1.83	0.14±0.01	0.133

Pb (mg/kg)	
参考值	测定平均值
20±3	18.2
19±2	18.9
13.4±1.2	13.1
21±2	20.5

表3 PinAAcle 900T分析土壤中铅镉铍结果

珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司
地址：上海张江高科技园区张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问[http:// www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs](http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs)

版权所有 ©2019, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。