

# 微波消解 - 原子吸收光度法测定土壤中铜锌铅镉镍铬

史啸勇,郁建桥

(江苏省环境监测中心,江苏 南京 210036)

**摘要:**用微波消解 - 原子吸收光度法测定土壤中铜、锌、铅、镉、镍和铬。通过硝酸 - 氢氟酸 - 过氧化氢体系消解液对土壤样品消解,选择出微波最佳消解条件。对硝酸 - 盐酸 - 过氧化氢体系消解液和硝酸 - 氢氟酸 - 过氧化氢体系消解液进行消解对比试验,发现前者不能将土壤样品完全消解,后者能将样品消解完全,但需将消解液中剩余的酸赶尽,否则测定结果将明显偏低。微波消解土壤与传统电热消解相比,操作简便快速,可提高工作效率。

**关键词:**微波消解;原子吸收分光光度法;土壤;铜;锌;铅;镉;镍;铬

**中图分类号:** O657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006 - 2009(2003)01 - 0032 - 02

## To Detect Cu, Zn, Pb, Cd, Ni and Cr in Soil With Microwave Digestion-AAS

SHI Xiao-yong, YU Jian-qiao

(Jiangsu Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210036, China)

**Abstract:** To Detect Cu, Zn, Pb, Cd, Ni and Cr in soil with microwave digestion - AAS. To digest soil sample using HNO<sub>3</sub> - HF - H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> first, the best digestion condition was get. The digestion liquid was compared with HNO<sub>3</sub> - HCl - H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, it indicated that the former can digest the soil completely, only need remove the acid. This method was simple and fast.

**Key words:** Microwave digestion; AAS; Soil; Cu; Zn; Pb; Cd; Ni; Cr

用微波消解土壤样品与传统的电热板 - 全量消解土壤样品比较,具有简便快速的特点。由于微波消解可不用高氯酸,即可将样品完全分解,所以受基体干扰小,准确度和精密度较高。用硝酸 - 氢氟酸 - 过氧化氢体系微波消解土壤样品,必须将剩余的酸赶尽,才能满足测定要求。

火焰原子吸收分光光度计的工作条件见表 1。

表 1 火焰原子吸收分光光度计的工作条件

| 元素 | 波长 / nm | 狭缝 / nm | 灯电流 / mA | 空气流量 q <sub>v</sub> / (L min <sup>-1</sup> ) | 乙炔流量 q <sub>v</sub> / (L min <sup>-1</sup> ) |
|----|---------|---------|----------|--|--|
| 铜  | 324.8   | 0.5     | 4.0      | 7.0  | 1.5  |
| 锌  | 213.9   | 1.0     | 5.0      | 7.0  | 1.5  |
| 镍  | 232.0   | 0.2     | 4.0      | 10.0   | 2.0  |
| 铬  | 357.9   | 0.2     | 7.0      | 7.0  | 1.7  |

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

ETHOS 900 型微波消解炉,意大利 MILE - STONE 公司;SpectrAA - 55B 型火焰原子吸收分光光度计和 SpectrAA - 220Z 型石墨炉原子吸收分光光度计,美国瓦里安公司。铜、锌、铅、镉、镍、铬标准使用液:用 1 000 mg/L 标准储备液逐级稀释而成;50 g/L 磷酸氢二铵溶液(铅镉基体改进剂);50 g/L 硝酸镧溶液(铜锌基体改进剂);100 g/L 氯化铵溶液(铬基体改进剂);硝酸、氢氟酸,优级纯。

#### 1.2 仪器工作条件

##### 1.2.1 火焰原子吸收分光光度计

##### 1.2.2 石墨炉原子吸收分光光度计

石墨炉原子吸收光度计的工作条件见表 2。

##### 1.2.3 微波消解工作条件

通过硝酸 - 氢氟酸 - 过氧化氢体系消解土壤样品的试验,确定出微波最佳消解条件,见表 3。

对不同的样品和样量,微波消解的功率、温度和时间并不完全一致,需在试验中具体选择。

收稿日期:2002 - 06 - 05;修订日期:2002 - 10 - 21

作者简介:史啸勇(1975 -),男,江苏溧阳人,助理工程师,学士,从事环境监测工作。

1.3 样品测定

准确称取土壤样品 0.25 g,置于微波消解罐中,加入硝酸 5 mL、氢氟酸 2 mL、过氧化氢 1 mL,加盖密封,放入微波消解装置中,按表 3 工作条件消解,取出冷却至室温,转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧

杯中,用少量水洗涤消解罐数次,并入烧杯,烧杯置于电热板上加热赶酸,待样品蒸干后,取下烧杯,加少量 1.5 mol/L 硝酸,在电热板上温热溶解残渣,转入 25 mL 容量瓶,加相应基体改进剂 1 mL,定容进行测定。同时做空白试验。

表 2 石墨炉原子吸收光度计的工作条件

| 元素 | 波长 / nm | 狭缝 / nm | 灯电流 / mA | 干燥       |        | 灰化      |        | 原子化     |        | 氩气流量 $q_f / (L \cdot min^{-1})$ |
|----|---------|---------|----------|----------|--------|---------|--------|---------|--------|---------------------------------|
|    |         |         |          | 温度 / °C  | 时间 / s | 温度 / °C | 时间 / s | 温度 / °C | 时间 / s |                                 |
| 铅  | 283.3   | 0.5     | 5.0      | 85 ~ 120 | 55     | 850     | 20     | 1 800   | 5      | 3.0                             |
| 镉  | 228.8   | 0.5     | 5.0      | 85 ~ 120 | 55     | 500     | 20     | 1 500   | 5      | 3.0                             |

原子化阶段停气,进样量为 10  $\mu$ L。

表 3 微波最佳消解工作条件

| 步骤 | 时间 $t / min$ | 功率 $P / W$ | 温度 / °C |
|----|--------------|------------|---------|
| 1  | 7            | 250        | 180     |
| 2  | 7            | 400        | 200     |
| 3  | 7            | 650        | 220     |
| 4  | 7            | 250        | 220     |

2.1 消解液的选择

用硝酸 - 盐酸 - 过氧化氢体系和硝酸 - 氢氟酸 - 过氧化氢体系,分别消解土壤样品,发现前者不能将样品完全消解,而后者能消解完全。但后者必须将消解液转入聚四氟乙烯烧杯中,加热将所剩余的酸除尽。否则,将导致测定结果明显偏低,结果见表 4。

2 结果与讨论

表 4 消解后赶酸与不赶酸测定 ESS1 土壤标准样品的比较

| 测定元素 | 铜              | 锌                  | 铅                  | 镉                  | 镍              | 铬              |
|------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|----------------|----------------|
| 赶酸   | 21.5           | 56.8               | 21.9               | 0.076              | 29.5           | 55.8           |
| 不赶酸  | 18.3           | 空白及样品均超出<br>标准曲线上限 | 空白及样品均<br>超出标准曲线上限 | 空白及样品均超出<br>标准曲线上限 | 23.7           | 38.1           |
| 标准值  | 20.9 $\pm$ 0.8 | 55.2 $\pm$ 3.4     | 23.6 $\pm$ 1.2     | 0.083 $\pm$ 0.011  | 29.6 $\pm$ 1.8 | 57.2 $\pm$ 4.2 |

2.2 准确度

测定 ESS2 土壤标准样品结果见表 5。

表 5 ESS2 土壤标准样品测定结果

| 标样  | 铜              | 锌              | 铅              | 镉                 | 镍              | 铬              |
|-----|----------------|----------------|----------------|-------------------|----------------|----------------|
| 测定值 | 27.3           | 66.1           | 23.5           | 0.040             | 34.8           | 69.2           |
| 标准值 | 27.6 $\pm$ 0.5 | 63.5 $\pm$ 3.5 | 24.6 $\pm$ 1.0 | 0.041 $\pm$ 0.011 | 33.6 $\pm$ 1.6 | 75.9 $\pm$ 4.6 |

从表 4 和表 5 可见,用微波消解结合电热板赶酸测定 ESS1、ESS2 土壤标准样品,除 ESS1 中铅、ESS2 中铬与标准样值有偏差外,其他测定结果均在标样的保证值范围内,准确度较高。

微波消解与传统的电热板消解相比,操作方

便,能大大缩短消解时间,不足之处依然是要将消解液转移至聚四氟乙烯烧杯中,置于电热板上加热赶酸。即使如此,由于加的酸量较少,且不加高氯酸,赶酸时间也明显缩短,可提高工作效率。