

doi:10.3969/j.issn.1000-9760.2015.02.013

微波消解—原子吸收光谱法测定土壤中的铅和镉^{*}

王长芹¹ 张 凯¹ 邓 艺² 杜卓群²(¹ 济宁医学院法医学与医学检验学院, 山东 济宁 272067; ² 济宁医学院药学院 2010 级学生, 山东 日照 276826)

摘 要 **目的** 建立微波消解—石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅和镉含量的方法。**方法** 利用硝酸—盐酸—氢氟酸作消解液, 土壤样品经微波消解, 采用石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅和镉的含量。**结果** 在优化实验条件下, 铅(2.0~50 μg/L)、镉(0.1~1.0 μg/L)的吸光度(A)与浓度(C)呈良好的线性关系(*r* 值分别为 0.9962、0.9971), 检出限分别为 1.48 μg/L 和 0.062 μg/L, 回收率为 92.40%~102.6%, RSD 为 2.63%~5.62%。**结论** 该方法样品处理效率高、准确性好, 用于土壤中铅和镉的测定, 结果令人满意。

关键词 微波消解; 原子吸收光谱法; 土壤; 铅; 镉

中图分类号: O657.31 **文献标识码**: A **文章编号**: 1000-9760(2015)04-124-03

Determination of Lead and Cadmium in soil using microwave digestion by atomic absorption spectrometry

WANG Changqin, ZHANG Kai, DENG Yi, DU Zhuoqun

(Institute of Firebasic Medicine and Laboratory Medicine, Jining Medical University, Jining 272067, China)

Abstract: Objective To establish a method for the determination of lead and cadmium in soil using microwave digestion by atomic absorption spectrometry (AAS). **Methods** Using nitric acid -hydrochloric acid -hydrofluoric acid as remove fluid, soil samples were digested by microwave, then the contents of lead and cadmium in soil were detected by atomic absorption spectrometry (AAS). **Results** There was a good linear relationship at the concentration of 2.0~50 μg/L for Pb and at 0.1~1.0 μg/L for Cd; the correlation coefficient of Pb was 0.9962 and that of Cd was 0.9971. The detection limits of lead and cadmium were 1.48 μg/L 和 0.062 μg/L, respectively, and the recovery rates were 92.40%~102.6%, the RSDs were 2.63%~5.62%. **Conclusion** The method was efficient for sample reatment and accurate. The method was employed for measurement of Pb and Cd in soil, and satisfactory results were obtained.

Keywords: Microwave digestion; Atomic absorption spectrometry; Soil; Lead; Cadmium

随着社会的进步及人们环保意识的提高, 土壤质量对人体健康的影响引起人们越来越多的关注, 土壤中重金属的含量直接影响农作物的质量, 因此准确检测土壤中重金属特别是铅、镉的含量至关重要。由于土壤成分复杂, 必须对样品进行消化处理。土壤样品处理方法有电热板加热消解、微波消解和高压消解等^[1-2], 电热板加热消解消化时间长, 安全系数差, 测定结果偏差大, 难以进行批量土壤样品的测定; 微波消解由于其快速、消解完全及干扰小而得到广泛应用。铅、镉的测定

方法有原子吸收光谱法^[3-5]、原子荧光光谱法^[6]、电化学方法^[7-8]、电感耦合等离子体发射光谱法^[9]、电感耦合等离子体质谱法^[10]等。本文采用硝酸—盐酸—氢氟酸混合酸微波消解土壤样品, 用石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅和镉的含量。现报道如下。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

XH-800C 电脑双控微波消解仪(购自北京祥鹄科技发展有限公司); TAS-990 型原子吸收分光光度计; GF-990 型石墨炉电源; 铅、镉空心阴极灯; GZX-9076 MBE 数显鼓风干燥箱(购自北京普折

^{*} [基金项目] 2013 年济宁市科技局医药卫生科技发展项目(编号: 2013jnw70); 2013 年济宁医学院校级科研计划项目(编号: JY2013KJ029); 2012 年山东省特色专业“医学检验专业”资助项目(编号: 33)

通用仪器有限公司);KDMB 型调温加热板(购自山东鄞城永兴仪器厂);高速万能粉碎机(购自天津市泰斯特仪器有限公司);自动超纯水机等。

铅标准储备液:1.000mg /ml(山东省疾控中心标准室);镉标准储备液:1.000mg /ml(山东省疾控中心标准室);优级纯盐酸;试剂除特殊说明外均为分析纯;实验用水均为超纯水。

1.2 方法

1.2.1 样品采集与制备 按对角线采样法采集土壤样品,每个采样点选 3 个点采样,取样深度 0~20cm,取样量不少于 500g,3 个点采集的样品充分混匀制成混合土壤样品。将采集的土壤样品自然风干,除去杂物,用四分法缩分,取缩分后的样品 100g 左右,经 105℃烘干后,用粉碎机粉碎,过 100 目的分样筛分样,制备成土壤样品。

1.2.2 样品处理 准确称取(0.2000±0.002)g 土壤样品于微波消解罐的聚四氟乙烯内罐中,加入盐酸 5ml、硝酸 5ml、氢氟酸 2ml,混匀,加盖密封后,将消解罐放入微波消解仪中,设定微波消解功率为 600W,最大压力 4Mpa,按照表 1 微波消解的工作条件消解样品。微波消解结束,待温度降至 80℃,取出消解罐,将消解液转移到聚四氟乙烯坩埚中,用少量超纯水洗涤消解罐,合并洗涤液于坩埚中,将坩埚置电热板上,加热赶酸至大约 2ml,冷却后将溶液转移至 25ml 比色管中,用 0.5%硝酸溶液洗涤坩埚,合并洗液,用 80 g/L 磷酸二氢铵溶液作基体改进剂,并用 0.5%硝酸溶液定容至刻度,同时做空白试验。微波消解的工作条件见表 1。

表 1 微波消解工作条件

消解程序	温度/℃	时间/min
第 1 阶段	90	5
第 2 阶段	120	5
第 3 阶段	180	10
第 4 阶段	200	10

1.3 测定方法

1.3.1 标准系列的配制 用 1.000mg/mL 铅标准储备液逐级稀释配成浓度为 50μg/L 的铅标准使用溶液,用 80 g/L 磷酸二氢铵溶液作基体改进剂,配制成 5、10、20、30、40、50μg/L 铅的系列标准溶液。用 1.000mg/ml 镉标准储备液配成浓度为 1.0μg/L 的镉标准应用液,配制成 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0μg/L 镉的标准溶液。

1.3.2 测定条件 见表 2、表 3。

表 2 仪器工作主要参数

项目	参数	项目	参数
波长	Pb:283.3nm Cd:228.9nm	光谱带宽	0.4nm
滤波系数	0.1	灯电流	2.0mA
负高压	Pb:361V Cd:350V	积分时间	2s
读数方式	峰面积	测量方式	标准曲线法

表 3 石墨炉升温程序

步骤	温度/℃		升温时间/s		保持时间/s	
	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd
干燥	120	100	5	5	10	10
灰化	500	600	5	5	5	10
原子化	1700	1900	0	0	2	3
净化	1800	2000	0	1	2	2

1.3.3 测定及标准曲线的绘制 按表 2 选定仪器工作条件,表 3 石墨炉升温程序,测定标准系列、空白溶液、样品溶液的吸光度,每次进样量均为 10μL。仪器自动绘制标准曲线并读数。

2 结果

2.1 标准曲线、线性范围及检出限

在优化实验条件下,铅的浓度在 2.0~50 μg/L、镉的浓度在 0.1~1.0μg/L 范围内具有良好的线性关系,线性方程铅为 $I=220.8712 \times [A]-9.4324$,相关系数为 0.9962;线性方程镉为 $I=1.6304 \times [A]-0.2190$,相关系数为 0.9971。用 3 倍信噪比计算,铅、镉的检出限分别为 1.48μg/L 和 0.062μg/L。

2.2 精密度试验

在优化实验条件下,分别取 10、25、50μg/L 的铅,0.1、0.5、1.0μg/L 的镉标准溶液为低、中、高 3 个浓度水平,进行 6 次测定,铅的 RSD 分别为 4.56%,3.13%,5.62%;镉的 RSD 为 2.63%,4.34%,4.48%。

2.3 准确度试验

采集土壤样品 1 份,用本文所述微波消解和仪器检测条件,对土壤样品进行铅和镉高、中、低 3 个浓度的加标回收试验,平行测定 6 次,铅加标回收率在 93.62%~101.4% 之间,镉加标回收率在 92.40%~102.6% 之间,详细检测结果见表 4。

(下转第 128 页)

后,我们将进一步研究基于网络教学资源建设和自主学习方式在留学生人体组织学教学中的应用,不断提高医学留学生组织学教学质量,争取培养出更多的优秀医学留学生。

参考文献:

- [1] 景爱红,司传平.利用 BasicMed 构建个性化教学博客及在教学中的应用[J].中国高等医学教育,2013,27(3):56-57.
- [2] 景爱红,司传平.基于 BasicMed 的局部解剖学实验教学新模式探讨[J].局部手术学杂志,2013,22(5):556-558.
- [3] 吴宏伟,张殿龙,梅险.高校网络辅助教学的探索与实践[J].计算机教育,2007,5(13):18-21.

- [4] 刘梅彦,袁梅玲.基于 J2EE 平台的网络辅助教学系统的设计与实现[J].计算机工程与科学,2007,29(1):41-44.
- [5] 孔佑华,全芯.组织学与胚胎学实验教学模式改革及实践[J].解剖科学进展,2009,15(4):437-438.
- [6] 庄宝祥,王岱军,张圣明,等.数字切片在组织胚胎学实验教学中的应用[J].中国组织化学与细胞化学杂志,2010,19(4):405-407.
- [7] 孙红,朱兰,肖芳,等.留学生病理学数字切片全英文教学的探究[J].实验技术与管理,2012,1(1):146-147,153.
- [8] 陈先谅,周理文.浅谈教师博客在教育教学中的作用[J].时代教育,2011,8(2):249-250.

(收稿日期 2015-01-09)

(上接第 125 页)

表 4 样品加标回收率(n=6)

元素	测定值 / $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	加标量 / $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	加标测定值 / $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	回收率 /%
Pb	7.094	5.0	11.78	93.62
		10.0	16.90	98.06
		15.0	22.30	101.4
Cd	0.1050	0.05	0.1512	92.40
		0.10	0.2018	96.80
		0.15	0.2589	102.6

2.4 样品分析

采集北湖新区土壤样品,取其中 6 份按试验方法对土壤样品进行处理并测定,每份测定 6 次,结果见表 5。

表 5 样品分析结果(n=6, $\mu\text{g/g}$)

样号	测定值		样号	测定值	
	Pb	Cd		Pb	Cd
1	7.094	0.1050	4	8.856	0.0926
2	12.307	0.1329	5	7.850	0.1238
3	13.426	0.1274	6	6.178	0.1166

3 讨论

选择 3 种消解体系在相同的条件下对土壤样品进行消解,分别是硝酸—盐酸—过氧化氢消解体系、硝酸—过氧化氢—氢氟酸消解体系、硝酸—盐酸—氢氟酸消解体系。选择相同的土壤样品,相同的消解条件,用 3 种消解体系分别处理样品,其中硝酸—盐酸—过氧化氢消解体系、硝酸—过氧化氢—氢氟酸消解体系处理的样品消解不彻

底,剩余少量固体,消解罐内壁附着少量杂质,溶液浑浊不清,而在硝酸—盐酸—氢氟酸消解体系中,土壤样品消解彻底,消解液澄清透明,因此,选用硝酸—盐酸—氢氟酸消解体系,消解结果令人满意。

参考文献:

- [1] 王士贺,王忠伟.石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅、镉含量[J].理化检验-化学分册,2012,48:30-31,36.
- [2] 魏向利,雷用东,马小宁,等.微波消解—AAS 法测定土壤中铅铬镉元素的研究[J].安徽农业科学,2014,42(11):3243-3244,3247.
- [3] GB/T 17140-1997.土壤质量铅、镉的测定 KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法[S].
- [4] 万亚军.东台市售水产品铅和镉污染水平的原子吸收法检测[J].环境与健康杂志,2012,29(8):737-738.
- [5] 杨金玲,周勇,公维磊,等.GFAAS 法测定燃煤电厂区小麦籽粒中铅镉[J].济宁医学院学报,2010,33(3):196-198,203.
- [6] 张泓,吕维君,茅建人,等.微波消解—原子吸收分光光度法、原子荧光分光光度法测定土壤中的铜锌铅镉铬砷汞[J].中国卫生检验杂志,2005,15(7):830-831.
- [7] 公维磊,杨金玲,王长芹,等.地表水中痕量铅和镉的同位素镓膜修饰电极差分脉冲溶出伏安同时测定法[J].环境与健康杂志,2014,31(1):60-62.
- [8] 公维磊,杨金玲,王长芹,等.镓膜修饰电极差分脉冲溶出伏安法测定食品中痕量铅、镉[J].中国食品卫生杂志,2011,23(6):524-527.
- [9] 潘晓东,汤堃,应英,等.密闭微波消解—电感耦合等离子体发射光谱法测定鱼肉中铅、镉和汞[J].中国卫生检验杂志,2012,22(7):1544-1545.
- [10] 陶秋丽,戴青锋,王龙山,等.微波消解—电感耦合等离子体质谱法测定煤矸石中镉铬铅[J].冶金分析,2013,33(8):24-27.

(收稿日期 2015-02-05)