

微波消解 ICP-AES 法测定土壤中的金属元素

ICP-015

摘要: 采用微波消解系统消解环境土壤标准物质 ESS-4, 使用 ICP-AES 进行测定, 研究了土壤中金属元素的测定方法。实验结果表明, 土壤中的 As, Cu, Cr, Ni, P, Pb, V 和 Zn 等多种元素的测定值与给定的标准值吻合。该方法回收率在 91.1% ~ 100% 之间, 线性相关系数大于 0.99996, 相对标准偏差在 2.38% ~ 4.85%, 具有快速、高效、清洁、污染少等优点, 完全能满足环境分析的要求。

关键词: 环境 土壤 金属 ICP-AES 微波消解

土壤是宝贵而有限的自然资源之一, 是农业最基本的生产资料。污染了的土壤, 不但直接表现在引起土壤本身的理化、生物学性质发生变化, 使土壤生产力下降, 而且通过以土壤为起点的土壤→植物→动物→人的食物链, 使某些有害物质在农业产品中不断富集起来, 引起生物与人类受害、致病甚至死亡, 土壤一旦遭受污染, 特别是重金属的污染, 将很难得到消除, 因此, 对土壤的监测至关重要。随着社会的发展, 国家对环保工作更

加重视, 各行各业对环保分析提出了更高的要求, 对样品都有相应的标准对其分析做出了详细的规定。《土壤环境监测技术规范》中规定的测定金属元素及其化合物的标准方法有分光光度法, 火焰原子吸收法, 石墨炉原子吸收法等。其中分光光度法分析流程长, 应用试剂多, 操做繁琐; 火焰原子吸收法存在线性范围窄, 检出限高, 石墨炉原子吸收存在分析速度慢等缺点。本法使用电感耦合等离子发射光谱仪进行环境样品土壤中的微量元素, 灵敏度高, 检出限低, 分析快速准确。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃、HF 和 H₂O₂ 试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称量 0.3 g 国家环境标准样品土壤 ESS-4 (标准编号: GSBZ500014-88) 置于消解罐中, 加入 2 mL HF, 6 mL HNO₃, 2 mL H₂O₂, 放置 5 ~ 10 分钟后, 盖上消解罐盖, 放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却, 取出。加入高氯酸置于电热板上赶酸完成后, 将其用去离子水定容至 25 mL, 摇匀备用; 并按上述手续操作, 制备试剂空白溶液。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

配制 As, Cu, Cr, Ni, P, Pb, V 和 Zn 的标准溶液。仪器稳定后, 按表 1 仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表1 仪器工作条件

| 观测方向 | 雾化器类型 | 矩管类型 | 雾化室 | 辅助气流速 (L/min) | 等离子气流速 (L/min) | 载气流速 (L/min) | 高频频率 (MHz) | 高频输出功率 (kW) |
|------|-------|------|-----|---------------|----------------|--------------|------------|-------------|
| 轴向 | 同心 | Mini | 旋流 | 0.6 | 10 | 0.7 | 27.12 | 1.2 |

岛津 ICPE-9000 软件 [助手功能] 可自动进行测定元素的波长选择, 选择共存元素谱线干扰小, 检出限低和信背比高的谱线 (见各元素的谱峰轮廓) 。

As 189.042 Best

Cond 1

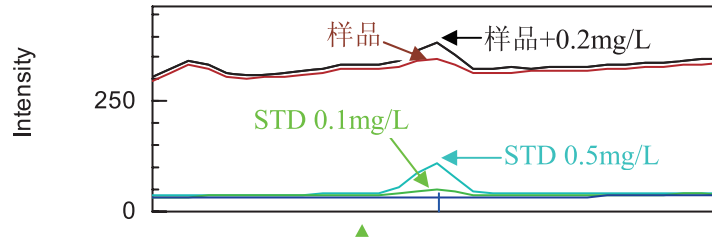


图1 砷的谱峰轮廓

Cu 324.754 Best

Cond 1

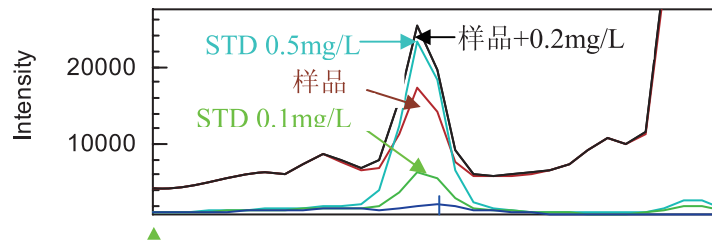


图2 铜的谱峰轮廓

Cr 267.716 Best

Cond 1

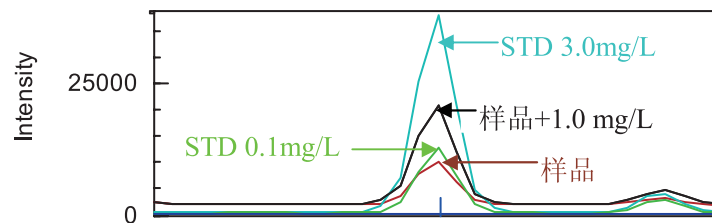


图3 铬的谱峰轮廓

Ni 231.604 Best
Cond 1

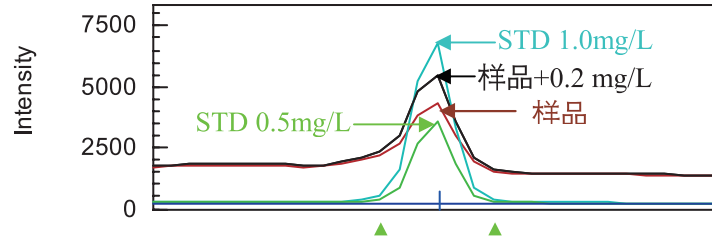


图4 镍的谱峰轮廓

P 177.499 Best
Cond 1

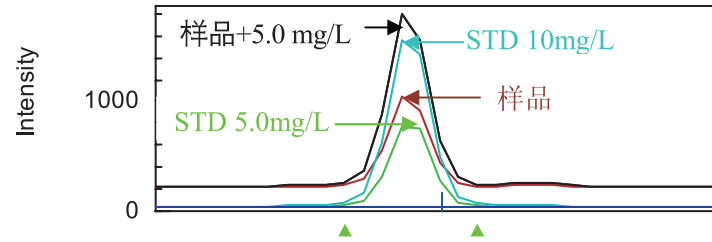


图5 磷的谱峰轮廓

Pb 220.353 Best
Cond 1

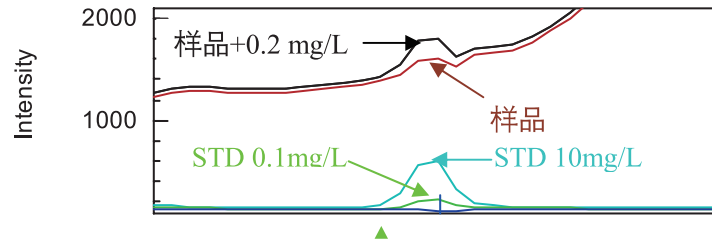


图6 铅的谱峰轮廓

V 290.882 Best
Cond 1

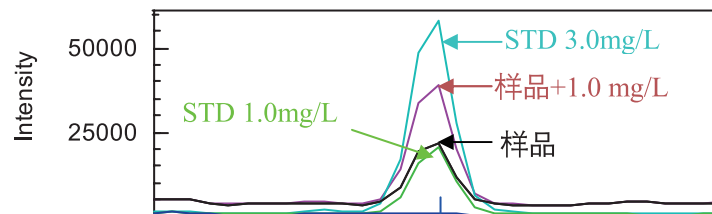


图7 钒的谱峰轮廓

Zn 213.856 Best
Cond 1

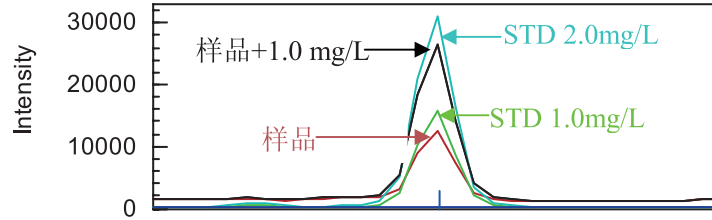
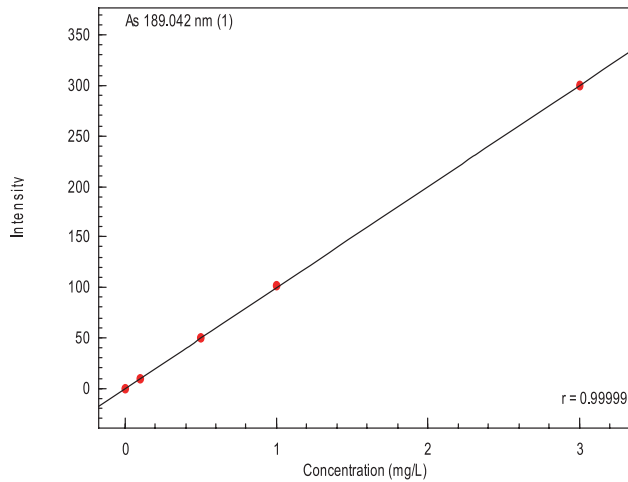


图 8 锌的谱峰轮廓

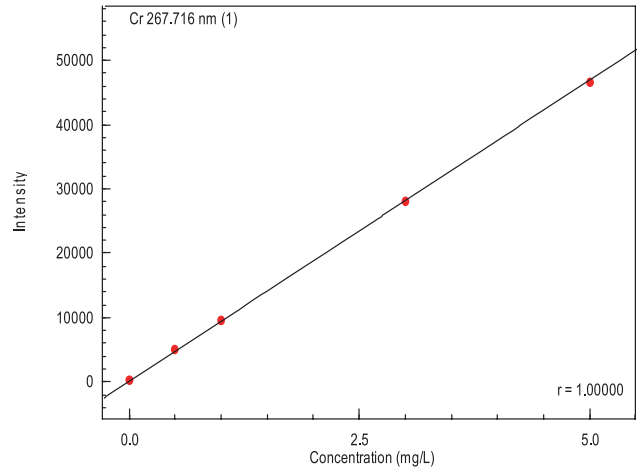
2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下：



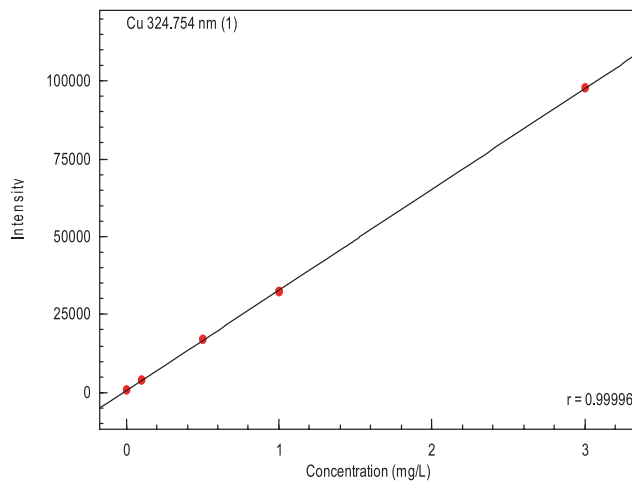
R=0.99999

图 9 砷的标准曲线



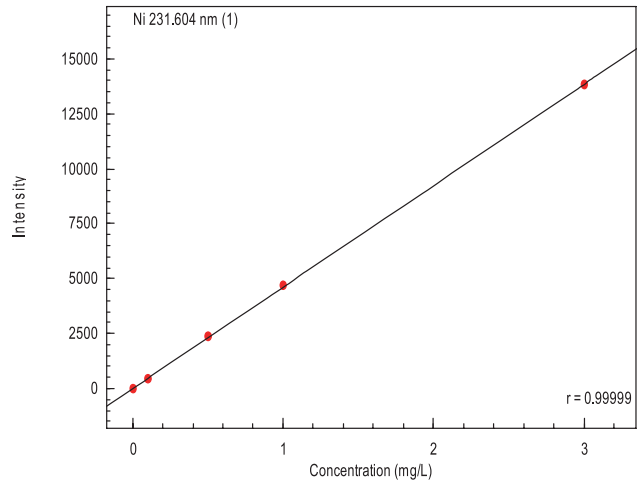
R=1.00000

图 10 铬的标准曲线



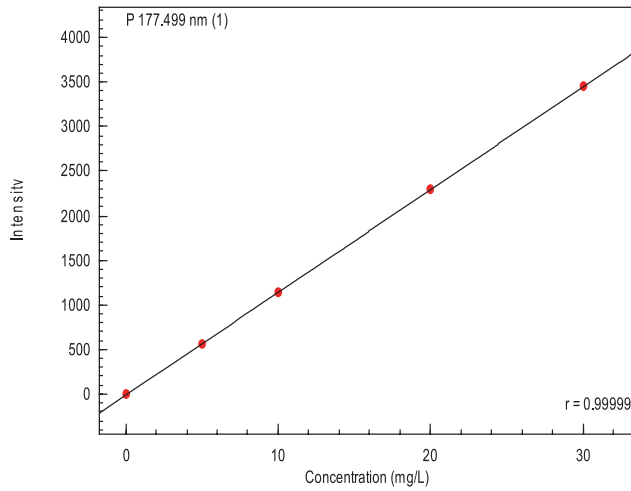
R=0.99996

图 11 铜的标准曲线



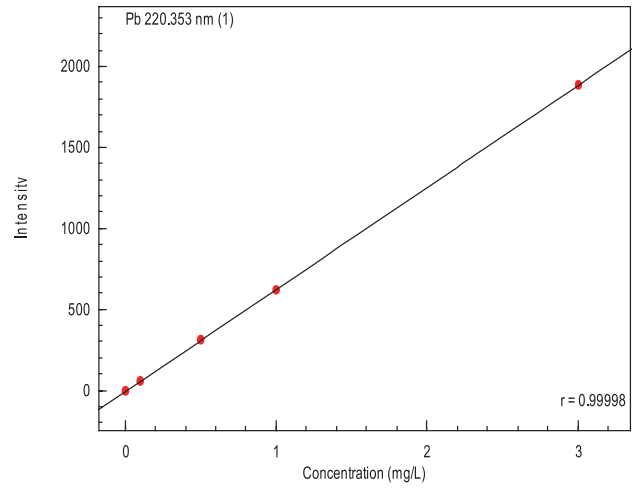
R=0.99999

图 12 镍的标准曲线



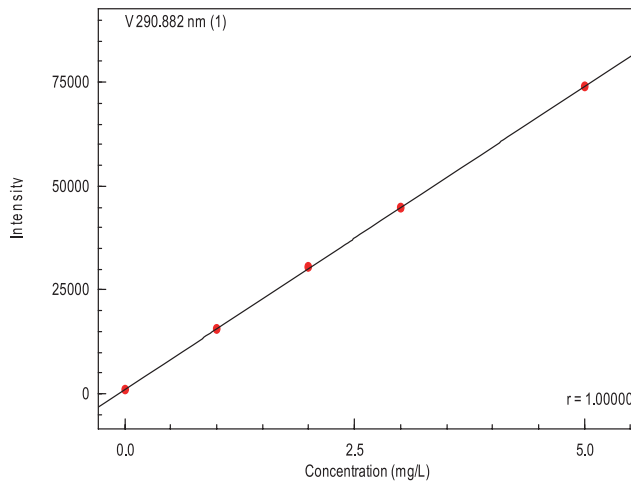
R=0.99999

图 13 磷的标准曲线



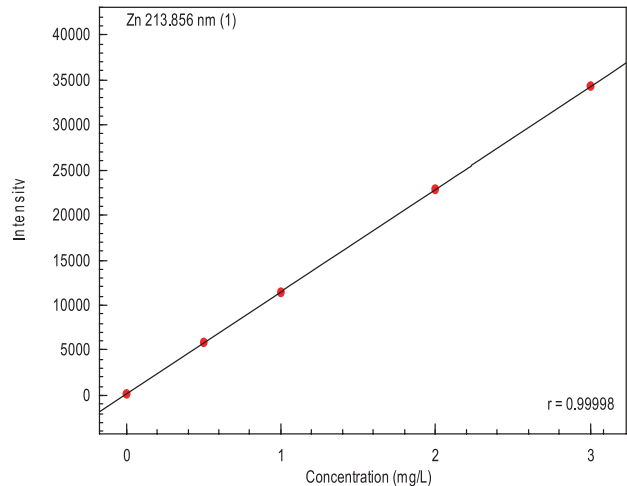
R=9.99998

图 14 铅的标准曲线



R=1.00000

图 15 钒的标准曲线



R=0.99998

图 16 锌的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度 (RSD%)

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 2。

表 2 检出限及精密度

| 元素名称 | As | Cr | Cu | Ni | P | Pb | V | Zn |
|------------|-------|-------|-------|--------|------|-------|-------|-------|
| 检出限 (mg/L) | 0.017 | 0.002 | 0.001 | 0.0006 | 0.01 | 0.002 | 0.002 | 0.001 |
| RSD(%) | 3.81 | 2.68 | 3.53 | 3.72 | 2.48 | 4.85 | 3.00 | 2.38 |

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，并进行了加标回收率实验，其结果见表 3。

表 3 ESS-4 土壤标准样品分析结果

| 元素 | 测定值 (mg/Kg) | 标准值 (mg/Kg) |
|----|----------------|----------------|
| As | 11.61 | 11.4±0.3 |
| Cr | 69.65 | 70.4±4.9 |
| Cu | 24.87 | 26.3±1.7 |
| Ni | 32.34 | 32.8±1.7 |
| P | 447.76 | 492±50 |
| Pb | 23.22 | 22.6±1.7 |
| V | 88.02 | 90±2.0 |
| Zn | 65.51 | 69.1±3.5 |

表 4 ESS-4 土壤标准样品回收试验结果

| 元素名称 | As | Cr | Cu | Ni | P | Pb | V | Zn |
|------------|------|------|------|------|-------|------|------|------|
| 添加前 (mg/L) | 0.14 | 0.84 | 0.30 | 0.39 | 5.40 | 0.28 | 1.06 | 0.79 |
| 添加量 (mg/L) | 0.20 | 1.00 | 0.20 | 0.20 | 5.00 | 0.20 | 1.00 | 1.00 |
| 添加后 (mg/L) | 0.34 | 1.71 | 0.49 | 0.57 | 10.20 | 0.46 | 2.04 | 1.63 |
| 回收率 (%) | 100 | 92.9 | 98.0 | 96.6 | 98.1 | 95.8 | 99.5 | 91.1 |

结论

依据《土壤环境监测技术规范》，采用微波消解系统消解环境土壤标准物质 ESS-4，使用 ICP-AES 进行测定，研究了土壤中金属元素的测定方法。实验结果表明，土壤中的 As, Cu, Cr, Ni, P, Pb, V 和 Zn 等多种元素的测定值与给定的标准值吻合。该方法回收率在 91.1% ~ 100% 之间，线性相关系数大于 0.99996，相对标准偏差在 2.38% ~ 4.85%，具有快速高效、清洁、污染少等优点，完全能够满足环境分析的要求，适用于各环保行业的土壤环境监测。