

土壤中重金属的测定解决方案-石墨消解

1. 介绍

本实验参考方法《GB/T 17141-1997 土壤质量铅、镉的测定石墨炉原子吸收分光光度法》和《HJ 491-2019 土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定火焰原子吸收分光光度法》，简要介绍了使用睿科 Auto GDA 系列全自动石墨消解仪对土壤样品进行消解，并用原子吸收光谱法对土壤样品中多种金属元素进行检测的一套解决方案。

关键词：土壤、金属元素、全自动石墨消解仪、Auto GDA 36

2. 仪器与试剂

Raykol Auto GDA 36 全自动石墨消解仪

铜元素标准储备液

PerkinElmer PinAAcle 900 原子吸收光谱仪

锌元素标准储备液

铅元素标准储备液

盐酸（优级纯）、硝酸（优级纯）、氢氟酸（优级

镉元素标准储备液

纯）、高氯酸（优级纯）

3. 标准曲线工作配制

铅、镉两种元素标准系列浓度见下表 1，铜、锌两种元素标准系列浓度见表 2。

表 1 铅、镉 标准系列溶液浓度

元素	C ₀ (μg/L)	C ₁ (μg/L)	C ₂ (μg/L)	C ₃ (μg/L)	C ₄ (μg/L)	C ₅ (μg/L)
铅 (Pb)	0.00	5.00	10.00	20.00	30.00	50.00
镉 (Cd)	0.00	1.00	2.00	4.00	6.00	10.00

表 2 铜、锌 标准系列溶液浓度

元素	C ₀ (mg/L)	C ₁ (mg/L)	C ₂ (mg/L)	C ₃ (mg/L)	C ₄ (mg/L)	C ₅ (mg/L)
铜 (Cu)	0.00	0.10	0.50	1.00	3.00	5.00
锌 (Zn)	0.00	0.10	0.20	0.30	0.50	0.80

4. 样品前处理

将采集后样品在实验室中风干、粗磨、细磨至孔径 0.15mm（100 目）筛。样品制备过程中应避免沾污和待测元素损失。

称取样品 0.2-0.3g（精确至 0.0001g），添加至聚四氟乙烯消解管内，用 2 mL 水润湿，再添加 5 mL 盐酸、9 mL 硝酸和 1.5 mL 高氯酸，摇匀，仪器自动添加盖子，下降消解管架，升温至 120℃，保持 1

h；升温至 180℃保持 1-2h；自动取盖，架子下降，180℃，保持 60min；架子自动上升，冷却，等待 30 min；自动定容至 25 mL，摇匀，静置，取上清液待测。（土壤和沉积物样品种类复杂，基体差异较大，在消解时视消解情况，可适当补加硝酸、高氯酸等酸，调整消解温度和时间等条件。）

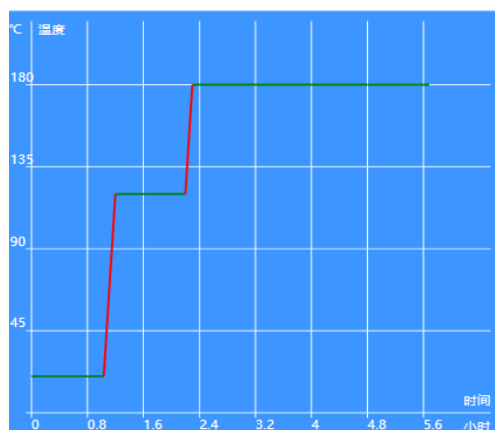


图 1 Auto GDA 36 全自动石墨消解仪温度曲线

Step#	Description
1	加酸 体积[2mL] 速度[1mL/s] 试剂[6,水] 蠕动泵处于[单步加液] 颜色判定功能[不启用]
2	加酸 体积[5mL] 速度[1mL/s] 试剂[2,盐酸] 蠕动泵处于[单步加液] 颜色判定功能[不启用]
3	加酸 体积[9mL] 速度[1mL/s] 试剂[1,硝酸] 蠕动泵处于[单步加液] 颜色判定功能[不启用]
4	加酸 体积[5mL] 速度[1mL/s] 试剂[3,氢氟酸] 蠕动泵处于[单步加液] 颜色判定功能[不启用]
5	加酸 体积[1.5mL] 速度[1mL/s] 试剂[4,高氯酸] 蠕动泵处于[单步加液] 颜色判定功能[不启用]
6	摇匀[2.0分钟] 速度[100%] 石墨炉处于[保温]状态
7	加盖
8	架子[下降], 石墨炉保持[保温]状态
9	加热 温度[120.0°C] 升温速度[10°C/min] 保持[60.0min]
10	加热 温度[180.0°C] 升温速度[10°C/min] 保持[80.0min]
11	架子[上升], 石墨炉保持[保温]状态
12	取盖
13	加热 温度[180.0°C] 升温速度[10°C/min] 保持[60.0min]
14	架子[上升], 石墨炉保持[冷却]状态
15	等待[30.0min] 石墨炉[冷却]
16	定容到[25mL] 速度[1mL/s] 泵选择[仅用蠕动泵] 标液[] 试剂[硝酸溶液]
17	摇匀[3.0分钟] 速度[70%] 石墨炉处于[冷却]状态
18	方法结束

图 2 Auto GDA 36 全自动石墨消解仪消解程序

5. 仪器条件

表 3 石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件

元素	铅	镉
波长	283.31nm	228.80nm
狭缝	0.7nm	0.7nm
灯电流	10mA	4mA
背景校正	塞曼	塞曼
干燥温度、时间	110°C, 30s	110°C, 30s
	110°C, 30s	130°C, 30s
灰化温度、时间	850°C, 20s	500°C, 20s
原子化温度、时间	1600°C, 5s	1500°C, 5s

表 4 火焰原子吸收光谱法仪器参考条件

元素	铜	锌
----	---	---

波长	324.75 nm	213.86 nm
狭缝	0.7 nm	0.7 nm
灯电流	15 mA	15 mA
空气流量	10.0 L/min	10.0 L/min
乙炔流量	2.5 L/min	2.5 L/min

6. 实验结果

土壤标准物质测定结果

象山东海滩涂沉积物标准值见表 5。土壤标准物质

GBW 07452 (GSS-23) 土壤成分分析标准物质-

测定值见表 6。

表 5 GSS-23 标准值

元素	铅 (Pb)	镉 (Cd)	铜 (Cu)	锌 (Zn)
标准值 (mg/kg)	28±1	0.15±0.02	32±1	97±3

表 6 土壤标准物质测定值

序号	元素	测定值				RSD (%)	结果判定
		1	2	3	平均值		
1	铅 (Pb)	28.774	27.304	28.891	28.323	3.12	在范围内
2	镉 (Cd)	0.137	0.142	0.133	0.137	3.28	在范围内
3	铜 (Cu)	31.715	32.353	31.432	31.833	1.48	在范围内
4	锌 (Zn)	94.409	96.817	97.395	96.207	1.65	在范围内

7. 结论

通过 Auto GDA 系列全自动石墨消解仪-原子吸收光谱法检测土壤标准物质中的多种金属元素,测量结果均在标准物质证书范围内,RSD 均小于 3.5%。

在全自动石墨消解-原子吸收光谱法检测土壤

中多种金属元素的实验中,Auto GDA 系列全自动石墨消解仪能够高效、稳定地达到实验的要求,可以在提供领域范围内的良好应用。



石墨消解

全自动石墨消解仪