

文章编号: 1674- 6139(2009) 09- 0122- 02

# 原子吸收法测定土壤中金属元素时空空白值的降低方法

徐立生, 蔡裕丰

(江苏省启东市环境监测站, 江苏 启东 226200)

**摘要:** 对采用硝酸-氢氟酸-高氯酸消解体系消解土壤, 原子吸收法测定铜、锌、铅、镉、镍时空空白值不同程度升高的原因进行了详细的分析, 通过采用器皿的认真清洗, 防止消解过程中的尘埃污染, 选用高纯水和优级纯消解试剂, 注意氢氟酸的准确加入方法以及消解过程中赶酸完全等改进措施, 有效降低了空白试验值, 提高了土壤中金属元素测定的精密度和准确度, 满足了监测方法的需要。

**关键词:** 原子吸收法; 土壤; 金属元素; 空白值; 降低方法

中图分类号: X53

文献标识码: A

## Blank Value Reducing Method on Determining Metallic Element in Soil by Atomic Absorption Method

Xu Lisheng Cai Yufeng

(Qidong Environmental Monitoring Station, Qidong 226200, China)

**Abstract** When determining copper, zinc, lead, cadmium, nickel in soil by atomic absorption method, it digests soil by adopting nitric acid-fluorhydric acid-perchloric acid digesting system. The blank value is high more or less. This paper analyses the cause detailedly and reduces blank value effectively by adopting various methods, that is cleaning vessel carefully, avoiding floating dust pollution in digesting procedure, selecting high purity water and digestion reagent (Guaranteed Reagent), paying attention to accurate adding method of fluorhydric acid, driving off acid completely in digesting procedure. This method improves precision and accuracy of metallic element determination in soil, meeting the needs of monitoring method.

**Key words** atomic absorption method; soil; metallic element; blank value; reducing method

原子吸收法是测定土壤中金属元素的常用方法。采用硝酸-氢氟酸-高氯酸消解方法可同时测定土壤中的铜、锌、铅、镉、镍等金属元素<sup>[1]</sup>。笔者采用该法消解土壤样品后, 在原子吸收分光光度计上测定时, 发现铜、锌、铅、镉、镍的空白值经常会不同程度地升高, 特别是锌, 空白值更高。因此测定结果的精密度较差, 准确度也不高。

### 1 原因分析

经详细分析原因, 认为以下几个方面的因素能引起空白值的升高。

1.1 所用器皿被沾污。原子吸收法的灵敏度较高, 盛装样品的聚四氟乙烯坩埚和所用玻璃器皿在使用前如未用硝酸彻底清洗干净, 就会吸附微量的待测

元素, 从而引起空白值的升高。

1.2 消解过程中样品被尘埃污染。土壤样品通常在通风橱内的电热板上加热消解, 整个消解过程时间较长。样品经常处于开盖状态, 稍有不慎就会被环境中的尘埃沾污。

1.3 实验用水和消解试剂纯度不高。实验用水和消解样品用的硝酸、氢氟酸和高氯酸如果纯度不高, 也可能含有痕量待测元素。

1.4 氢氟酸加入方法不当。因氢氟酸会严重腐蚀玻璃, 如用玻璃吸管加入氢氟酸, 可能将玻璃中含有的微量待测元素引入样品中。

1.5 消解过程中赶酸不完全。消解后的样品中如残余一定量的氢氟酸和高氯酸等也可能引起空白值的升高。

### 2 改进方法

针对上述原因, 采取以下改进方法。

收稿日期: 2009-04-13

作者简介: 徐立生(1974-), 男, 工程师, 大学学历, 主要从事环境监测工作。

2.1 器皿认真清洗。有人提出所用玻璃器皿及聚四氟乙烯容器均需以硝酸 (1+5) 浸泡 12 h 用水反复冲洗, 最后用去离子水冲洗干净<sup>[2]</sup>, 时间较长。笔者通过实验发现, 所用玻璃器皿和聚四氟乙烯坩埚只要用 1+1 硝酸溶液荡洗两遍, 再用高纯水冲洗干净, 就能快速地把器皿清洗干净。

2.2 防止消解过程中的尘埃污染。实验室要无尘。样品消解过程中, 每加一种酸后, 要马上盖好盖子, 只在消解的最后一步驱赶高氯酸白烟时, 才把盖子稍稍开启一点, 留一道小小的缝隙, 让高氯酸白烟冒出来。另外加盖后, 提高了溶液温度, 缩短了消解时间, 样品消解得更完全。

2.3 实验用水和消解试剂。实验用水应用高纯水, 消解试剂全部选用优级纯。

2.4 氢氟酸的准确加入。应用塑料量杯或塑料注射器加入氢氟酸。

2.5 消解过程中赶酸完全。在加热除硅阶段, 要经常摇动坩埚, 使剩余的氢氟酸完全挥发掉。在驱赶高氯酸白烟时, 要让高氯酸白烟冒尽后才停止加热。

### 3 改进效果

通过采取上述几项改进方法, 大大降低了空白试验的测定值, 缩短了样品的消解时间, 同时样品消解彻底, 无任何沉淀物质 (见表 1)。

表 1 土壤中金属元素测定时改进效果比较

	改进前	改进后
铜	5.50~7.05	0.00
锌	42.6~126	0.90~1.15
空白试验值 / $\mu\text{g}$		
铅	1.15~10.2	0.00
镉	0.85~1.60	0.00
镍	0.65~1.55	0.00
样品消解时间 /h	5~6	3~4
样品消解状况	不完全, 有少量沉淀物质	完全, 无任何沉淀

采用中国环境监测总站的土壤标准物质 (ESS-2) 作对比试验 (见表 2), 改进前, 样品测定的精密度较差, 相对标准偏差  $\leq 8.2\%$ , 加标回收率变动幅度较大, 在 80%~120% 之间。改进后, 样品测定的精密度较好, 相对标准偏差  $\leq 4.52\%$ , 加标回收率变动幅度较小, 在 90%~105% 之间。因此, 通过改进, 降低了空白试验值, 提高了样品分析的精密度和准确度, 满足了分析的需要。

表 2 ESS-2 标准土壤分析结果的精密度和准确度比较

	改进前	改进后	
相对标准偏差 /%	铜	4.80	2.64
	锌	5.12	3.84
	铅	7.18	4.52
	镉	8.20	4.26
	镍	4.56	2.38
加标回收率 /%	铜	85~112	90~104
	锌	88~120	92~104
	铅	85~110	95~105
	镉	80~118	92~105
	镍	86~108	92~102

### 参考文献:

[1] 国家环保局. 水和废水监测分析方法编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 第四版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 432-438.

[2] 潘海燕, 张鑫. 原子吸收法测定土壤中铜锌铅镉 [J]. 环境工程, 2005, 23(1): 68-69.

## 投 稿 须 知

来稿请附第 1 作者简介, 可按下列顺序列出: 姓名、(出生年)、性别、籍贯、毕业学校、学位、职称及主要从事的工作、研究方向等。