

# 微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定土壤中钒

陈任翔, 刘可, 杨力, 陈瑶

(湘潭市环境保护监测站, 湖南 湘潭 411104)

**摘要:** 建立了微波消解 - 石墨炉原子吸收测定土壤中钒的方法, 优化了微波消解程序。方法在  $0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$  范围内线性良好, 以称样  $0.5000 \text{ g}$ , 定容体积  $50 \text{ mL}$  计, 方法检出限为  $0.2 \mu\text{g/g}$ 。环境土壤标准样品测定的 RSD 为  $2.5\%$ , 加标回收率为  $92\% \sim 104\%$ 。

**关键词:** 钒; 微波消解; 石墨炉原子吸收法; 土壤

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2008)03-0050-02

## Vanadium in Soil Determination by Microwave Digestion - GFAAS

CHEN Ren-xiang LU Ke YANG Li CHEN Yao

(Xiangtan Environmental Protection Station, Xiangtan, Hunan 411104 China)

**Abstract** The determination method of vanadium in soil was established by microwave digestion - GFAAS. The microwave digestion process was optimized. The linearity from  $0 \mu\text{g/L}$  to  $100 \mu\text{g/L}$  was good. The detection limit was  $0.2 \mu\text{g/g}$  by  $0.5000 \text{ g}$  soil sample and the volume capacity of  $50 \text{ mL}$ , the RSD  $2.5\%$  and the recoveries from  $92\%$  to  $104\%$  in the environmental standards soil samples test.

**Key words** Vanadium; Microwave digestion; GFAAS; Soil

钒具有生物活性, 是人体必需的微量元素之一。钒常用作合金钢添加剂和化学工业催化剂, 钢铁、石油、化工、染料、纺织等工业废水中钒含量较高, 对地表水、地下水、土壤会造成污染<sup>[1]</sup>。钒是全国土壤污染状况调查的必测项目, 相关技术规定用硝酸 - 高氯酸 - 氢氟酸消解体系前处理样品, 酸用量大, 消解时间长, 分析步骤繁琐。今采用微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定土壤中钒, 精密度和准确度均符合要求, 节约了成本, 提高了工作效率。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

Z-5000 型原子吸收分光光度计, 日本日立公司; ETHOS-D 型微波消解仪, 瑞士 Milestone 公司; EG 微控数显电热板, 美国莱伯泰科公司; 钒空心阴极灯 (HL-1), 河北衡水宁强光源厂。

500 mg/L 钒标准贮备液, 国家环境标准样品研究所, 用  $1\%$  硝酸溶液逐级稀释成  $1.00 \text{ mg/L}$  标

准使用液; ESS-3 (GSBZ 50013-88) 钒环境土壤标准样品, 标准值为  $(116 \pm 5) \mu\text{g/g}$ 。国家环境标准样品研究所; 硝酸、盐酸、氢氟酸、氢氧化钠, 均为优级纯; 实验用水为超纯水。

#### 1.2 仪器测量条件

波长  $318.4 \text{ nm}$ ; 灯电流  $12 \text{ mA}$ ; 狭缝  $0.4 \text{ nm}$ ; 载气为氩气。

石墨炉升温程序为: 干燥温度  $80 \text{ }^\circ\text{C} \sim 140 \text{ }^\circ\text{C}$ , 时间  $40 \text{ s}$ ; 灰化温度  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ , 时间  $20 \text{ s}$ ; 原子化温度  $2800 \text{ }^\circ\text{C}$ , 时间  $5 \text{ s}$ ; 清洗温度  $2800 \text{ }^\circ\text{C}$ , 时间  $4 \text{ s}$ 。

#### 1.3 样品前处理

准确称取  $0.5000 \text{ g}$  土壤样品于消解罐中, 加入  $5 \text{ mL}$  硝酸、 $3 \text{ mL}$  盐酸、 $2 \text{ mL}$  氢氟酸, 微波消解<sup>[2]</sup>。消解液冷却后直接转移至  $50 \text{ mL}$  容量瓶中, 用  $0.2\%$  硝酸溶液定容待测。

收稿日期: 2007-09-10 修订日期: 2008-02-28

作者简介: 陈任翔 (1972-), 男, 湖南湘潭人, 高级工程师, 本科, 从事环境监测与管理工作。

## 2 结果与讨论

### 2.1 消解体系的选择

经多次试验, 确定采用硝酸 - 盐酸 - 氢氟酸体系消解样品效果较好。针对 0.5 g 左右土壤样品, 采用微波法消解, 需加入硝酸 5 mL、盐酸 3 mL、氢氟酸 2 mL, 消解耗时 40 min。采用电热板法消解, 需加入硝酸 10 mL、高氯酸 5 mL、氢氟酸 5 mL, 消解耗时超过 240 min。由此可见, 采用微波法消解样品, 相对于传统的电热板法节约了试剂和时间。

### 2.2 微波消解程序优化

微波消解程序见表 1, 样品经该程序消解后清亮无残渣。程序中步骤 3 尤为重要, 温度过低或处理时间过短, 测定结果的精密度和准确度较差。试验表明, 该步骤温度设置为 150 °C 时, 土壤标准样品的测定值比标准值偏低近 20%; 设置为 180 °C ~ 200 °C 时, 样品消解彻底, 测定值符合要求。该试验设置温度为 200 °C, 使一些特殊、难消解的土壤样品也能达到较好的处理效果。与传统消解方法相比, 微波法的处理时间为其 1/6, 用电量约为 1/20, 节约了能源, 提高了工作效率<sup>[3]</sup>。

表 1 微波消解程序

步骤	起始温度 $\theta/^\circ\text{C}$	结束温度 $\theta/^\circ\text{C}$	功率 $P/\text{W}$	时间 $t/\text{min}$
1	室温	100	1 000	5
2	100	200	1 000	5
3	200	200	1 000	30
4	200	室温		

### 2.3 标准曲线

用超纯水将 1.00 mg/L 钒标准使用液稀释配制成 0  $\mu\text{g/L}$ 、20.0  $\mu\text{g/L}$ 、40.0  $\mu\text{g/L}$ 、60.0  $\mu\text{g/L}$ 、80.0  $\mu\text{g/L}$ 、100  $\mu\text{g/L}$  标准溶液系列, 按试验方法测定, 以吸光值对质量浓度作标准曲线, 回归方程为  $A = 0.00167\rho + 0.0025$ , 3 次测定的相关系数  $r$  均  $> 0.999$ 。

### 2.4 方法检出限

以称样 0.5000 g 定容体积 50 mL 计, 对全程序空白样品平行测定 20 次, 标准偏差  $s = 0.000948$ , 按国际纯粹和应用化学联合会 (IUPAC) 对检出限的规定<sup>[4-5]</sup>, 取  $K = 3$  置信水平为 90%, 得方法检出限为 0.2  $\mu\text{g/g}$ 。

### 2.5 精密度试验

用微波法和电热板法分别处理 6 份 ESS-3 环境土壤标准样品, 结果见表 2。

表 2 标准样品测定结果

消解方法	测定值 $w/(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$						RSD /%
微波法	118	115	118	110	115	116	2.5
电热板法	123	119	118	108	111	114	4.8

### 2.6 加标回收试验

准确称取 ESS-3 土壤标样和实际土壤样品各 3 份 (0.5000 g), 按试验方法消解后对消解液作加标回收试验, 结果见表 3。

表 3 加标回收试验结果

样品	测定值	加标量	回收量	回收率
	$\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	$m/\mu\text{g}$	$m/\mu\text{g}$	/%
ESS-3	1.15			
ESS-3-a	1.73	30.0	28.5	95.0
ESS-3-b	2.38	60.0	61.0	102
ESS-3-c	2.96	90.0	88.0	97.8
土样	0.999			
土样-a	1.46	25.0	23.0	92.0
土样-b	2.04	50.0	52.0	104
土样-c	2.95	100	97.5	97.5

## 3 结论

采用微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定土壤中的钒, 精密度和准确度较好, 微波法处理样品节约了试剂和能源, 减轻了工作强度, 提高了工作效率。该方法还能用于其他元素如铜、铅、铁、锰、镍、钴的测定, 可在全国土壤调查样品分析中应用<sup>[3]</sup>。

### [参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 395.
- [2] 长江水环境化学元素研究系列专著编辑委员会. 水环境化学元素研究方法 [M]. 湖北: 湖北科学技术出版社, 1992: 75.
- [3] 阎军, 胡文祥. 分析样品制备 [M]. 北京: 解放军出版社, 2003: 217, 233, 235.
- [4] 中国环境监测总站《环境水质监测质量保证手册》编写组. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1994: 228-229, 300.
- [5] 曹杰山. 火焰原子吸收分光光度法测定生活垃圾堆肥产品中铅 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19(6): 28-30.

本栏目责任编辑 姚朝英