

Thermo SCIENTIFIC iCE 3500 石墨炉原子吸收测定土壤样品中镉 (Cd) 元素含量

彭梦婷, 高光晔

【赛默飞世尔科技 (中国) 客户体验中心, 痕量元素分析】

简介

土壤, 是由一层层厚度各异的**矿物质**成分所组成大自然主体。它是矿物和有机物的混合物, 由岩石风化而成的矿物质、动植物, 微生物残体腐解产生的有机质、氧化的腐殖质等组成, 土壤颗粒的缝隙里还吸附有溶液与空气, 构成一个复杂的体系, 为**农作物**生长提供必需的生活条件, 土壤是一切生命的生存基础。

镉 (Cd) 是一种有害元素, 它会对呼吸道产生刺激, 长期接触会造成嗅觉丧失症, 严重者可出现**中毒性肺水肿**或化学性肺炎。长期吸入镉可产生慢性中毒, 引起肾脏损害。牙龈黄斑也与摄入镉有关, 镉中毒还可导致骨质疏松和软化。

镉化合物虽然不易被肠道吸收, 但可经呼吸被体内吸收, 积存于肝或肾脏造成危害, 尤其对肾脏损害最为明显。土壤被镉污染除对农业生产带来不利影响, 还可能随扬尘进入空气, 对人产生危害。所以检测土壤中镉含量越来越受到重视, 而石墨炉原子吸收法测定镉因为具有测定灵敏度高、检测成本低等优点, 是测定土壤中的镉的首选方法。

本文采用 iCE3500 原子吸收光谱仪, 通过对样品前处理方法、仪器条件等内容进行了研究和优化, 尤其是灰化与原子化温度的选择, 详细地介绍了土壤中镉元素测量方法。



实验部分

仪器介绍

Thermo Scientific iCE3500 原子吸收光谱仪

iCE3500 原子吸收光谱仪有别于其它传统设计的仪器, 她采用人体工程学设计, 独特的对称光路结构、光学双光路设计, 包括:

- 无需更换和校准的双原子化系统;
- 双背景校正功能;
- 独特一体化的石墨炉可视进样系统;

其采用动态光学控温的石墨炉系统, 可配置普通和交流塞曼石墨炉, 具有升温高、速率快及石墨管适用性强、使用寿命长等特点。

方法提要

试样采用**盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸**消解溶解后, 在 1%硝酸介质中, 按照选定的仪器参数条件, 使用 5%磷酸二氢铵为基体改进剂, 准确地测定了样品中的镉。

1.1、实验设备及器皿

- iCE 3500 原子吸收分光光度计 (Thermo Scientific);
- Cd 空心阴极灯 (Thermo Scientific);
- 超纯水机 (Fisher Scientific);
- 20~100uL、200~1000uL 微量移液器 (Fisher Scientific);
- 10、50mL HPDE 容量瓶 (NALGENE);

1.2、试剂及标准品

- 高纯硝酸，65% v/v (Fisher Scientific);
 - 高纯盐酸，37% v/v (Fisher Scientific);
 - 氢氟酸，30% v/v (优级纯，国药集团);
 - 高氯酸，72% v/v (优级纯，国药集团);
- 单元素储备液 Cd 1000mg/L (中国计量科学研究院);

1.3、水标液测试溶液

Cd 采用外标法进行测定：采用国家标准物质水溶液，将 Cd 标准溶液配置为 2ppb 利用 iCE3500 石墨炉自动进样器自动稀释进行工作曲线测定。

1.4、样品处理

称量 0.2500 克样品 (样品在 105℃ 下干燥) 于 50ml PTFE 烧杯中，用少量水润湿，加入 15 毫升盐酸，盖上 PTFE 表面皿。在电热板上，加热煮沸 20-30 分钟。在烧杯中加入 5 毫升硝酸盖上盖子，加热煮沸 1 小时。用水吹洗并取去表面皿，继续加热，蒸发至 10 毫升左右。在烧杯中加入 15 毫升 HF、1 毫升高氯酸，盖上 PTFE 表面皿继续加热分解 1-2 小时，用水吹洗并取下表面皿继续加热 2 小时，蒸发至白烟冒尽。用水吹杯壁，再滴加 5 滴高氯酸，蒸至白烟冒尽。在烧杯中加入 7 毫升 (1+1) 盐酸，加热浸取。冷却，移入 50 毫升容量瓶中，加水稀释定容摇匀 (此溶液为 7% 的盐酸)。立即将容量瓶中的试液转移到干燥的有盖塑料瓶中备用，以免试液残余 HF 腐蚀容量瓶。移取 2.000ml 样品溶液，用 1% 硝酸稀释定容到 10ml，待测。

1.5、仪器参数

采用石墨炉原子吸收法测定 Cd，参数设置及石墨炉升温程序：

元素及波长 (nm)	石墨管类型	积分方式	基体改进剂	背景校正	进样量 (uL)
Cd 228.8	ELC	峰高	5%NH ₄ H ₂ PO ₄	塞曼	20

元素及波长 (nm)	灰化阶段			原子化阶段		
	温度 (°C)	时间 (秒)	斜坡 (°C/秒)	温度 (°C)	时间 (秒)	斜坡 (°C/秒)
Cd 228.8	600	20	150	1100	3	0

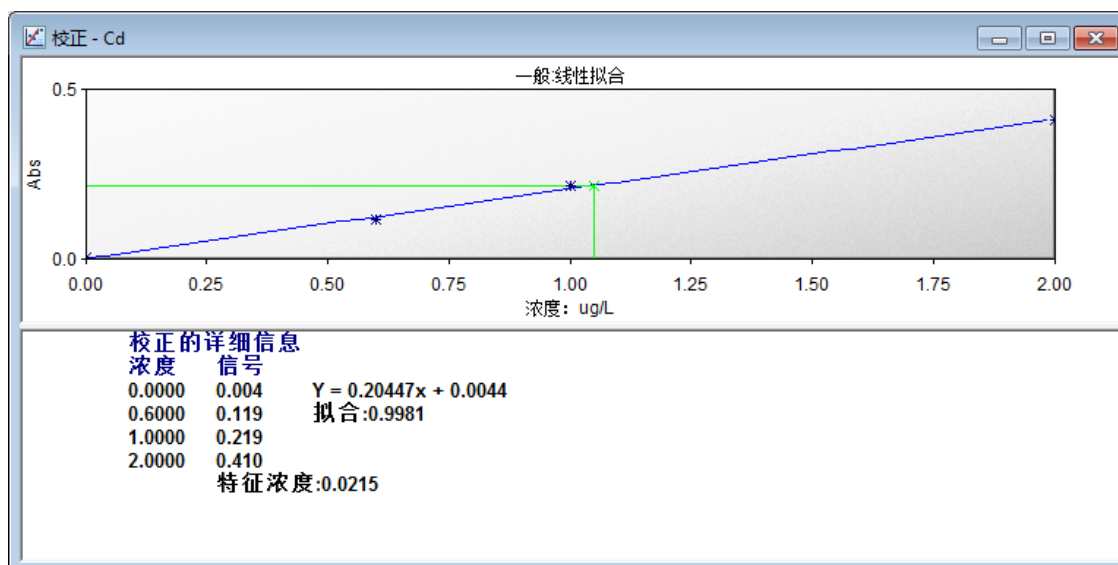
分析结果

标准曲线信息

曲线方程：Y=0.20447X+0.0044，回归系数 Rho=0.998。

根据标准曲线计算，Cd 的特征浓度为 0.0215 μg/L，样品前处理倍数为 1000

(0.2500g→50mL，2.000ml→10ml)，因此在当前仪器条件和分析参数情况下，该方法能够准确定量的下限计算为 MDL=0.0215*2000=0.042mg/Kg。



测量精密度

实验选取了 GBW07471 标准样品做为实验样品进行了测量，4 次实际测量结果均与标准样品的标示值极为接近，准确度控制在 95%~105%之间，4 份样品测量结果之间的精密度为 1.4%。

GBW07401	称样量	体积	溶液浓度	测量值	标示值	准确度
	(g)	(mL)	(ug/L)	(mg/kg)	(mg/kg)	(%)
平行 1	0.2502	50	4.36	4.36	4.3	101.3
平行 2	0.2472	50	4.25	4.25	4.3	100.0
平行 3	0.2511	50	4.28	4.26	4.3	99.1
平行 4	0.2483	50	4.33	4.36	4.3	101.3

测量准确度

实验选取了 7 种标准样品做为实验样品进行了测量，7 个标准样品实际测量结果均与标示值极为接近，准确度控制在 95%~105%之间。

编号	样品	称样量	体积	Cd 浓度	Cd 含量	标示值	准确度
		(g)	(ml)	(ug/L)	(mg/kg)	(mg/kg)	(%)
1	GBW07401	0.2502	50	4.36	4.36	4.3	101.3
2	GBW07402	0.2496	50	0.074	0.074	0.071	104.4
3	GBW07403	0.2411	50	0.058	0.060	0.060	100.0
4	GBW07404	0.2584	50	0.373	0.36	0.35	103.1
5	GBW07405	0.2437	50	0.432	0.44	0.45	98.5
6	GBW07406	0.2428	50	0.125	0.129	0.13	99.0
7	GBW07407	0.2409	50	0.077	0.080	0.08	99.9

讨论：

由于土壤的化学组分复杂，所以控制好灰化原子化温度对于检测结果十分重要，本文采用 GBW04701 样品进行灰化原子化温度优化实验，通过比对分析结果和观察原子化图形选择灰化温度 600 度和原子化温度 1000 度，得到理想结果。

