ICP - AES 法测定农田土壤中重金属含量

Determination of Heavy Metals in Soil Samples by ICP - AES

周小春, 刘 澍, 邓宗海, 曾凡萍
(萍乡市环境监测站 萍乡 337000)

摘要 土壤样品经预处理后,采用微波溶样消解法提取农田土壤中的有效态铜、锌元素,通电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP - AES),在最佳测定条件下利用标准曲线法,完成对土壤中有有效态铜、锌元素的测定。测定方法操作简便、线性范围大,结果精密度高、准确度好,可以满足农田土壤样品中有效铜、锌元素的测定需要。

关键词 土壤 Cu Zn ICP - AES 微波溶样消解法

Abstract After pretreatment of soil samples, the experiment used microwave digestion method to extract copper and zinc, and in the best condition of determination, used the standard curve method to complete the determination of copper and zinc in soil by ICP - AES. The method was simple, linear range, the results of high precision, accuracy, and could meet the needs of the determination of copper and zinc in soil samples .

Key words Soil Zinc Copper ICP - AES Microwave Digestion

江西萍乡地处亚热带季风气候区,属亚热带湿润季风气候天气类型。全年光照充足,雨量充沛,四季分明,农作物种类多,复种指数高,是全国重要的双季稻产区。近年来,萍乡市十分重视农产品质量安全问题。农田土壤是重要的农业资源,是进行农业生产的基本要素,农田土壤环境质量的优劣至关重要,直接关系到农产品质量安全。在农田土壤环境质量指标体系中,重金属含量是一个重要指标。目前我国实施的无公害农产品、绿色食品、有机产品产地环境质量标准中,反映土壤环境质量要求的基本上都是重金属含量指标。在当今各级政府和农业部门高度重视农产品产地安全和农产品质量安全,大力推进无公害农产品绿色食品有机产品生产的形势下,农田土壤重金属含量状况格外受到关注^[1-6]。本文对萍乡市农田土壤中铜、锌的含量进行了分析研究,以期明确农田土壤中重金属含量水平,为科学实施农产品产地安全管理,指导发展无公害农产品、绿色食品

和有机农产品生产,提高农产品质量安全水平提供科学依据。

微波消解技术由于快速、高效、试剂用量少、能降低分析人员劳动强度等优点,已被广泛应用于生物、环境、地质和金属样品的元素分析的前处理中。而电感耦合等离子体发射光谱法(ICP - AES)也因灵敏度高、精密度高、基体干扰小、线性范围广等特点得到广泛应用。本文联用密闭式微波消解系统和 ICP - AES 对萍乡市农田土壤中 Cu、Zn 元素的含量进行了测定分析。

1 实验部分

1.1 实验仪器和试剂

(1)分析仪器:美国 PerkinElmer 公司生产的 Optima2100DV 型发射光谱仪;MWD - 2 型微波通用消解装置;QHQM - 5 实验室新型球磨机。

(2)实验用品:土壤样品、178 μm 的尼龙筛、不锈钢粉碎机、瓷增锅、搪瓷盘、电热干燥箱、聚四氟

收稿日期:2010 - 08 - 21

作者简介:周小春(1978 -)男,工程师。研究方向:环境监测与评价。

乙烯(PTFE)密封罐、BYT-120型石英亚沸高纯水蒸馏器、干燥器、马福炉、冰壶或冰箱、玛瑙研钵, 100 mL容量瓶及50 mL容量瓶。

(3) 标准溶液:用光谱纯的金属氧化物或盐类配成1.000 mg/mL铜、锌的标准贮备液,然后根据不同金属测定的需要,配制成适当浓度的标准溶液。中间标准溶液可根据需要配制成不同浓度的工作标准溶液作标准曲线用,其浓度范围应包括样品中被测元素的浓度。硝酸、高氯酸、盐酸均为优级纯;水为亚沸蒸馏水。

1.2 样品的制备

将按规定采来的土壤样品,粉碎后按4分法,取1.0 kg左右利用QHQM-5实验室新型球磨机磨碎,过178 μm 的尼龙筛,保存500 g左右于广口瓶中备用。准确称取1.000 g土壤样品于聚四氟

乙烯坩埚中,加入5 mL H_2O_2 放置过夜,加6 mL浓HCl,4 mL浓 HNO_3 在微波炉中消解至近干,再加2 mL HF继续消解至粘稠状,用温热稀HCl溶解残渣,转入50 mL容量瓶中加1% HNO_3 定容。

1.3 样品的上机测定

ICP-AES工作条件:频率40.68 MHz,功率1.3 kW,积分方式及时间:自动积分为5 s,冷却气流量15 L/min,载气流量0.50 L/min,辅助气流量1.5 L/min,蠕动泵速15 r/min,观察高度7 mm,实验用水为去离子水(仪器工作条件见表1)。ICP-AES对每种元素的测定都同时选择多条特征谱线,而且光谱仪具有同步校正功能,因此实验中对每个测定元素选取2、3条谱线进行测定,综合分析强度、干扰情况及稳定性,选择谱线干扰少、精密度好的分析线,见表2。

表1 仪器工作条件

等离子体气流量	辅助气流量	雾化气流量	等离子体功率	进样速率
15/L $\cdot\text{min}^{-1}$	1.5/L $\cdot\text{min}^{-1}$	0.50/L $\cdot\text{min}^{-1}$	1300 W	1.5/mL $\cdot\text{min}^{-1}$

表2 Cu、Zn元素的测定波长

元素	测定波长/nm	检出限/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
Cu	327.396	0.35
Zn	206.2	0.32

方法的检出限确定:对样品空白溶液重复测定10次,取3倍标准偏差所对应的浓度为各元素的检出限,见表3。

表3 标准工作曲线拟合

$I = aC + b$	a	b	r
Cu	74.3722	6.72083	0.999934
Zn	47.1149	5.6106	0.99991

注: $I = aC + b$ 曲线拟合;a斜率;b截距;r相关系数

表4 工作标准溶液浓度

元素	1*	2*	3*	4*	5*	6*	7*
Cu	0.00	0.40	0.80	1.00	1.20	1.60	2.00
Zn	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20

注:1*~7*为不同浓度的标准溶液

2 结果和讨论

2.1 方法的精密度实验

对同一样品的Cu、Zn进行连续10次分析测定,计算其相对标准偏差,结果本方法的相对标准

差Cu为2.1%,Zn为2.8%,均小于5%,由此可见此方法的精密度非常高。

2.2 方法的准确度实验

在3份平行试样中,加入一定量的Cu和Zn,

按实验方法进行加标回收实验,其结果见表 5。其回收率在 94.0% ~ 104% 之间,准确度较高。

表 5 加标回收率结果

元素	加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	样品原含量/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	加标测定值/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	回收率/%
Cu	5.00	4.92	9.78	97.2
	5.00	4.84	9.95	102.2
	5.00	4.78	9.81	100.6
Zn	0.50	0.45	0.92	94.0
	0.50	0.43	0.92	98.0
	0.50	0.43	0.95	104.0

2.3 样品测定结果

土壤重金属污染是由于废弃物中重金属在土壤中过量沉积而引起的土壤污染。重金属污染物在土壤中移动性很小,不易随水淋滤,不为微生物降解,通过食物链进入人体后,潜在危害极大,应特别注意防止重金属对土壤污染。

表 6 列出了土壤中铜、锌两种重金属在不同范围和不同标准以及本次样品中的含量。一般地

来说,如果土壤没有被人为活动所污染,则其中的重金属含量就是它们在整个地区的背景值。从表中来看,铜、锌两种重金属的含量超出了其在江西省表层土中的背景值,说明土壤受到了人类活动的影响。但铜、锌这两种重金属的含量达到了土壤环境质量一级标准,可以认为此地区的土壤还没有受到这两种重金属的污染。

表 6 土壤中重金属的平均含量

土壤	Cu	Zn	数据出处
中国土壤	22.6	74.2	中国环境监测总站 1990 ^[7]
江西省表层土	17.7	63.7	中国环境监测总站 1990 ^[7]
土壤环境质量一级标准	35	100	土壤环境质量标准 ^[8]
萍乡市某农田土样	30.2	67.4	本次测量

3 结论

通过实验,可以看出:

(1) 本文联用密闭式微波消解系统和 ICP-AES 对萍乡市农田土壤中的 Cu、Zn 元素进行了测定。此方法具有实验时间短、耗能低、试剂用量小、污染轻,防止易挥发组分损失的特点。在灵敏度、精密度和准确度方面均较好。是测定土壤中的微量铜、锌的首选方法。

(2) 所取土壤样品为萍乡城郊某农田土样,由分析结果可以得出如下结论:就铜、锌含量来看,该农田土壤质量达到了国家一级土壤标准,尚未受到这两种重金属的污染,属一级农田土壤。

参考文献

- [1] 余进祥,刘娅菲,尧娟.江西省水稻优势产区重金属污染及积累规律[J].江西农业学报,2008,20(12):57-60.
- [2] 孟飞,刘敏,史同广.上海农田土壤重金属的环境质量评价[J].环境科学,2008,29(2):428-433.
- [3] 霍霄妮,李红,孙丹峰,等.北京市农业土壤重金属状态评价[J].农业环境科学学报,2009,28(1):66-71.
- [4] 林义章,徐磊.铜污染对高等植物的生理毒害作用研究[J].中国生态农业学报,2007,15(1):68-70.
- [5] 陈丽丽,包哲婷,王兆龙.土壤铜污染对 5 种草坪草生长指标的影响[J].草业科学,2007,(7):56-58.
- [6] 孙继敏,文启忠.黄土与古土壤中重金属的存在形态及风化成土作用对其影响[J].土壤学报,1994,31(3):305-311.
- [7] 中国环境监测总站.中国土壤元素背景值[M].北京:中国环境科学出版社,1990.
- [8] 中华人民共和国国家标准.土壤环境质量标准 GB 15618-1995[S],1995.

(上接第 55 页)

参考文献

- [1] 贾丽艳.浑河沈阳段“十一五”水环境建设技术对策的探讨[J].环境保护科学,2008,34(1):23-26.
- [2] 李宁江.污水处理厂运行对沈阳市地表水环境质量改善的探

- 讨[J].环境保护科学,2008,34(4):31-33.
- [3] 侯景艳,张玉龙.浑河沈阳段生态健康评价指标体系的研究[J].环境保护科学,2007,33(3):74-77.
- [4] 张媛,王新杰,梁继军.峨眉乐山市中段水环境污染及防治对策[J].四川环境,2009,28(6):72-75.
- [5] 刘永,郭怀成.湖泊-流域生态系统管理研究[M].北京:科学出版社,2008.