

微波消解-石墨炉原子吸收法测定建设用地中的铅含量

1 前言

建设用地，是指建造建筑物、构筑物的土地。《GB 36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》标准规定了保护人体健康的建设用地土壤污染风险筛选值和管制值，以及监测、实施与监督要求。本标准适用于建设用地土壤污染风险筛查和风险管制。监测要求按照《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》对建设用地中的铅含量进行测定。采用微波消解的方法可将土壤中的金属快速溶出，从而有利于后续石墨炉原子吸收分光光度法对铅元素的快速有效测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANK PLUS 微波消解仪，TK-20 赶酸器，原子吸收光度计，铅空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸（37%），氢氟酸（40%），铅标液，标准土样

3 实验方法

3.1 样品制备

将采集的土壤样品（一般不少于 500 g）混匀后用四分法缩分至约 100 g。缩分后的土经风干（自然风干或冷冻干燥）后，除去土样中石子和动植物残体等异物，用木棒研压，通过 2 mm 尼龙筛（除去 2 mm 以上的砂砾），混匀。用玛瑙研钵将通过 2 mm 尼龙筛的土样磨至全部通过 100 目（孔径 0.149 mm）尼龙筛，混匀后备用。

3.2 取样

称取 3 组样品质量为 0.2g（精确至 0.1mg），标准土样 3 组质量为 0.2g（精确至 0.1mg）

3.3 消解

分别加入 6mL 浓硝酸、2mL 浓盐酸和 2mL 的氢氟酸，同时做试剂空白，室温静置一段时间，待其反应完全后，则组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/℃	压力/MPa	升温时间	保温时间
1	150	2	7	1
2	180	3	5	2
3	210	3	5	20

最高压力 2.5MPa 以内。

3.4 赶酸定容

消解完成，冷却后取出消解罐，加入 2mL 高氯酸，180℃赶至开始冒白烟，再加入 3mL 硝酸赶至近干。冷却、转移，用 1%稀盐酸样品定容至 50mL，标土定容至 100mL，溶液无色澄清透明。使用原子吸收检测前，使用滤纸对待测液进行过滤。

3.5 配置标准溶液

分别精密移取 0.0 μ L、20 μ L、40 μ L、60 μ L、80 μ L、100 μ L 铅标准溶液置于 6 个 1000mL 容量瓶中，用质量分数 1%盐酸溶液稀释至刻度，得到每 1mL 溶液含铅分别为 0ng、20ng、40ng、60ng、80ng、100ng 的系列标准铅溶液。

3.6 标准曲线

波长 283.3nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.1，灯电流 2mA。

3.7 升温程序

	温度/°C	升温时间 s	保持时间/s	原子化	内气流量
干燥	90	5	10	×	大
灰化 1	120	5	10	×	大
灰化 2	500	5	5	×	大
原子化	1700	0	5	✓	小
清除	1800	0	2	×	大

4 实验结果

元素	项目	样品	标准土样	均称值，不确定度区间及回收率
铅	含量 ng/g	31.7	523.6	552 $\pm$ 29 回收率：95.5%
		29.8	530.8	
		31.2	527.5	
	均值 ng/g	30.9	527.3	
	RSD/%	3.19	0.68	

土壤样品中铅含量为 30.9ppb，测量结果的 RSD=3.19%，表明重复性较好。标准品回收率为 95.5%，证明此用此方法处理土壤样品，元素损失较少。

参考文献

- [1] GB 36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）
- [2] 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

注意事项

土壤样品一定要进行烘干、粉碎、过筛处理。要用试剂做为空白，不可用纯水。添加试剂时，最后加氢氟酸，赶酸时要加入高氯酸将氢氟酸赶尽。