

微波消解-石墨炉原子吸收法测定土壤中铝的含量 GFAAS Determination of Al in Soil by Microwave Digestion

甘志勇^{1,2}, 彭靖茹¹, 农耀京^{1,2}, 陈强^{1,2}

GAN Zhi-yong^{1,2}, PENG Jing-ru¹, NONG Yao-jing^{1,2}, CHEN Qiang^{1,2}

(1. 广西壮族自治区亚热带作物研究所, 广西南宁 530001; 2. 农业部亚热带果品蔬菜质量监督检验测试中心, 广西南宁 530001)

(1. Guangxi Subtropical Crops Research Institute, Nanning, Guangxi, 530001, China; 2. Quality Supervision and Testing Center of Subtropical Fruit and Vegetable, Ministry of Agriculture, Nanning, Guangxi, 530001, China)

摘要:采用微波消解土壤样品, 自制石墨管涂钽层, 建立微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铝含量的方法, 并用该方法测定土壤标准物质 GSS-3、GSS-4、ESS-3 中的铝。结果显示, 测定值与标准值相符。该方法有一定的实用性, 能满足实际样品的分析要求。

关键词:原子吸收法 微波消解 涂钽石墨管 铝

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1002-7378(2010)03-0287-02

Abstract: Microwave assisted heating was applied to the digestion of soil samples. The microwave digestion-graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of aluminum in soil samples with tantalum-coated graphite tube was established. The aluminum was determined in GSS-3, GSS-4 and ESS-3 soil standard substance. The result was consistent with the certified value. This method was practicable and was met the requirements of analysis of soil sample.

Key words: atom absorb method, microwave digestion, tantalum-coated graphite tube, aluminum

土壤中铝存在的形态对农作物生长有重要影响^[1~3], 而且它的存在形态与全铝有一定关系^[4,5], 所以测定土壤中铝的含量有一定意义。目前测定土壤中铝含量的方法主要有分光光度法、EDTA 滴定法、火焰原子吸收光度法(气体为笑气乙炔)等。虽然这些方法的检测原理不同, 但样品前处理均是碱熔法, 而这种样品前处理繁琐, 引入的杂质多。EDTA 滴定法测定土壤中铝含量的重现性较差。火焰原子吸收光度法存在较大安全隐患。分光光度法的测定条件较为严格、操作繁琐。目前国内还未见有石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铝含量的报道。

本文以微波消解土壤样品, 自制石墨管涂钽层, 建立微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铝含量, 并用该方法测定标准土壤 GSS-3、GSS-4、ESS-3 中铝的含量(铝含量以 Al_2O_3 来计算), 测定

结果均符合标准值。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

美国瓦里安 AA 240Z 型石墨炉原子吸收光谱仪, 塞曼扣背景, 附带自动进样器; 国产热解涂层石墨管(瓦里安仪器适用, 横向加热)。

用美国 CEM 公司出品的 MARS 5 微波消解仪进行温度控制和压力控制, 并显示温度和压力; 标准物质 Al 为 GBW(E)080219, 浓度 $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 取之于北京国家标准物质中心, 逐级稀释至所需的工作标准溶液。稀释液为 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$ 。

试剂均为优级分析纯, 水为二级去离子水。所使用的玻璃仪器均用洗涤剂于超声波清洗仪中洗净, 用水冲洗干净后晾干, 浸泡于(1+2) HNO_3 液液中 24 h 以上, 再用水冲洗数遍, 晾干后备用。

1.2 样品消解方法

用万分之一天平准确称取 0.2 g 标准土壤样

收稿日期: 2010-07-01

作者简介: 甘志勇(1975-), 男, 实验师, 主要从事分析化学研究。

品,置于变性特氟隆消解罐内,加8 ml 王水和4.0 ml HF 后密闭。25 min 阶梯升温至190℃,保持5 min。待消解罐温度降至近室温时取出消解罐,置于控温电热板,于220℃加热至近干(呈现湿盐半流动状);取下消解罐加4 ml HCl 溶液,再置于控温电热板上加热至沸溶解试样,取下后来又加10 ml 水,摇匀后转移溶液至200 ml 容量瓶中,用水定容至消解溶液澄清、透明。样品取5个平行空白试验同时进行。

1.3 样品测定方法

1.3.1 石墨管涂钼

配制40 g·L⁻¹钼盐溶液置于仪器中的放置样品溶液的位置,进行自动进样(进样量40 μl)、程序升温,原子化,于石墨管内壁形成钼层。升温程序:(1)蒸干,50 s 升温至100℃,20 s 升温至150℃;(2)灰化,5 s 升温至1000℃,保持10 s;(3)原子化,1 s 升温至2700℃,保持3 s;(4)吹扫杂质,2700℃保持5 s;仅在原子化阶段不通氩气,其他阶段通氩气。重复3次涂钼,在石墨管内壁形成均匀、有金属光泽的钼层。

1.3.2 仪器工作条件

塞曼扣除背景;保护气为氩气,稀释液为0.5 mol·L⁻¹ HCl;仪器工作条件:灯电流8.0 mA,光谱通带0.2 nm,分析线396.2 nm,石墨炉升温程序见表1。

表1 石墨炉升温程序

步骤	温度 (℃)	时间 (s)	升温方式	气体流量 (L·min ⁻¹)
干燥1	85	5.0	斜坡	3.0
干燥2	95	40	斜坡	3.0
干燥3	120	10	斜坡	3.0
灰化1	1400	5.0	斜坡	3.0
灰化2	1400	2.0	平台	3.0
灰化3	1400	2.0	平台	0.0
原子化1	2700	0.8	斜坡	0.0
原子化2	2700	2.0	平台	0.0
除残	2700	3.0	平台	3.0

1.3.3 绘制标准工作曲线

由100 μg·L⁻¹ Al 标准溶液经自动进样器稀释进样,按浓度(μg·L⁻¹)0,10,20,40,60,80 绘制出标准工作曲线:Abs=0.01039ρ-0.01004,相关系数为0.9997。

2 结果与分析

2.1 样品前处理

采用王水-HF 酸体系微波消解土壤样品,微波

消解时间30 min,冷却时间30 min,电热板加热赶酸时间约50 min,样品前处理仅需2 h。微波消解法较碱熔法省时、基体干扰小。

2.2 方法检出限

用11个样品空白溶液进行测试,取响应值的3倍标准偏差所除以标准曲线斜率的方法计算检出限,测得的方法检出限为4 μg·L⁻¹。

2.3 样品分析及精密度

采用标准曲线法对标准土壤 GSS-3、GSS-4、ESS-3 中的铝进行分析(铝含量以 Al₂O₃ 计),分析结果和精密度见表2。由表2可知,分析结果符合标准值,方法准确。

表2 样品分析结果*

样品	n	标准值 (w/%)	测定值 (w/%)	回收率 (%)	RSD (%)
GSS-3	5	12.24±0.09	12.30±0.07	100.5	0.60
GSS-4	5	23.45±0.19	23.42±0.21	99.9	0.90
ESS-3	5	14.41±0.07	14.47±0.12	100.4	0.83

* 测定值结果表示:平均测定值±标准偏差。

3 结束语

本实验实现石墨炉原子吸收光谱法准确测定土壤中铝含量,主要有两方面改进:(1)采用王水-HF 酸体系、微波消解土壤样品,具有省时、基体干扰小的优点;(2)石墨管自制涂钼,方法自动化、操作简单、时间短,有效提高了石墨管性能,并且可以多次重复涂钼,延长使用寿命。样品测定结果表明,微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铝有一定的实用性,方法简便、快速、准确,能满足实际样品分析要求。

参考文献:

- [1] 刘国群,庄舜尧,李国栋,等.不同种植年限下雷竹林土壤中铝的形态变化[J].土壤,2008,40(6):1013-1016.
- [2] 刘勋鑫,肖润林,王翠红,等.桂西北环境移民安置区果园土壤铝形态的空间变异性研究[J].农业现代化研究,2008,29(3):354-356.
- [3] 秦瑞君,陈福兴.低分子有机酸离子对降低土壤铝毒的作用[J].土壤肥料,1996(5):13-15.
- [4] 谢忠雷,王胜天,董德明,等.茶园土壤中铝的化学形态及其影响因素[J].吉林大学学报:自然科学版,1999(3):93-98.
- [5] 龚子同,张甘霖,赵文君,等.海南岛土壤中铝钙的地球化学特征及其对生态环境的影响[J].地理科学,2003,23(2):200-207.

(责任编辑:尹 闯)