

# 使用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收光谱仪对土壤中的铍 (Be) 元素进行测定



## 作者

吴春华、倪英萍、冯文坤、刘毅  
安捷伦科技（中国）有限公司

孟祥程  
天津宇相津准检测有限公司

## 摘要

本文介绍了采用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收光谱仪测定土壤中铍 (Be) 元素的方法。该方法采用电热板加热四酸消解方式、配备一体化热解涂层石墨管的 240Z 横向塞曼石墨炉，并以硝酸钯作为基体改性剂，对多种土壤标准物质进行验证测试。测定值在标准物质标准值范围内，方法检测限和精密度完全满足建设用地土壤污染风险筛选值和管制值中 Be 元素的限量要求，对土壤中 Be 的测定具有重要的应用价值。

## 前言

随着土壤普查和土壤污染风险检测的大力开展，土壤中重金属元素的分析已经成为环境检测领域的重要工作，铍元素及其化合物具有毒性，土壤中铍超过一定含量，将导致植物中毒；铍以烟雾或粉尘形式经呼吸道、消化道和皮肤进入人体能引起多种疾病；快速、准确的分析土壤中铍含量对于土壤普查和土壤污染治理工作具有非常重要的意义。

由于土壤基质及其复杂，而其中铍含量很低，基质效应对测定结果的准确度有很低影响。如何准确测定土壤中低含量的铍对于样品的前处理方法和仪器的基质耐受性具有严格的要求。本方法中采用电热板盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸四酸溶解样品，采用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收光谱仪，标准一体化纵向加热热解涂层石墨管和横向塞曼背景校正技术，硝酸钯做为基体改性剂进行测试，方法中对于样品的消解条件、仪器测试条件包含升温程序、基体改性剂的选择和用量等条件进行研究和优化，有效扣除了土壤基质的背景干扰；方法成本低，分析结果具有较高的精密度和准确度，检测限和定量限完全满足《GB36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》的最低筛选和管制值要求，可准确快速的进行土壤中铍（Be）的测定，为建设用地土壤和全国土壤普查中铍的测定提供了有效的参考方案。

## 实验部分

### 试剂和样品

盐酸（优级纯，Sigma）；硝酸（优级纯，Sigma）；氢氟酸（优级纯，Sigma）；高氯酸（分析纯，国药）；硝酸钯（光谱纯，安捷伦部件号 5190-8336）；所用实验用水为 Milli-Q 超纯水系统制备的高纯去离子水。10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  铍元素标准溶液（安捷伦部件号 5190-8565）。

市售土壤成分分析标准物质：泛平原沉积物成分分析标准物质 GBW07385 (GSS-29)、GBW07386 (GSS-30)、GBW07388 (GSS-32)、GBW07390 (GSS-34) 和 GBW07391 (GSS-35)。

### 仪器和设备

Agilent 240Z 原子吸收光谱仪，配备 PSD120 自动进样器、安捷伦铍（Be）元素空心阴极灯和一体化热解涂层石墨管。

### 标准品配制

铍（Be）标准储备液：5  $\text{ng}/\text{mL}$ ；采用 1% 硝酸溶液逐级稀释 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液而制得。

基体改性剂：1% 硝酸钯（光谱纯，安捷伦部件号 5190-8336），

直接使用。

校准标样：采用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收光谱仪自动进样器自动配制，浓度分别为 0、1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0  $\text{ng}/\text{mL}$ 。

### 样品前处理

按照 GB17378.5-2007 测定土壤标样的含水率。

准确称取 0.2000 g 土壤成分分析标准物质到 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入 10 mL 盐酸；置于电热板上 100 °C 低温消解 0.5 小时；然后依次加入 5 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸，加盖置于电热板上，120 °C 消解 1.0 小时；冷却后加入 2 mL 高氯酸，加盖置于电热板上，160 °C 加热 1 小时后开盖继续加热至白烟赶净，内容物呈粘稠状；取下冷却后，加入 2 mL 硝酸，在电热板上低温溶解残渣（若残渣不溶解，可以重复上述消解过程）；待溶液清澈，将其转移至 25 mL 容量瓶中并用高纯去离子水定容。该溶液经高纯水进一步稀释 10 倍后上机测定。同时配制样品空白。

### 石墨炉原子吸收分析条件

表 1. Agilent 240Z 原子吸收光谱仪参数

分析元素	Be
灯电流 (mA)	5.0
波长 (nm)	234.9
狭缝宽度 (nm)	1.0
石墨管	一体化热解涂层管
背景校正	塞曼
基体改性剂	1% 硝酸钯 5 $\mu\text{L}$
进样体积	样品 10 $\mu\text{L}$ ，总量 20 $\mu\text{L}$
元素灯	普通空心阴极灯
积分方式	峰面积

### 石墨炉原子吸收升温程序的优化

土壤样品复杂，基体干扰严重，且铍（Be）元素含量较低，如果要准确测定，基体改性剂的选择和温度程序的优化尤为重要。本方法采用 1% 硝酸钯作为基体改性剂，配合横向塞曼背景校正技术，可有效消除基质带来的背景干扰。240Z 石墨炉原子吸收光谱仪可利用内置的可视彩色摄像头优化并确认最佳的干燥温度和时间，内置的 SRM（表面响应技术）自动优化加入基体改性剂后的灰化和原子化温度。对标样和样品消解液分别运行 SRM 程序，获得最佳的灰化和原子化温度与时间。最终确定的石墨炉升温程序如表 2 所列。

表 2. 240Z 石墨炉升温程序

步骤	温度 (°C)	时间 (s)	气体流量 (L/min)
1	95	40.0	0.3
2	120	40.0	0.3
3	1000	0.5	0.3
4	1000	1.0	0.3
5	1000	2.0	0.0
6	2500	0.7	0.0
7	2500	2.0	0.0
8	2600	2.0	0.3

## 土壤标准物质的测试结果及精密度结果

为考察此方法的准确度和可靠性, 选择了 5 种土壤成分分析标准物质进行方法验证, 各标准物质的测试结果与标准值吻合, 标准物质测定结果列于表 3 中。

表 3. 标准物质测定值与标准值比较 (单位: mg/kg)

	标准值	标准值不确定度	测定值
GBW07385 (GSS-29)	2.3	0.3	2.23
GBW07386 (GSS-30)	4.0	0.3	4.14
GBW07388 (GSS-32)	2.4	0.2	2.47
GBW07390 (GSS-34)	2.4	0.3	2.31
GBW07391 (GSS-35)	2.3	0.2	2.34

同时, 以标准物质 GSS30 和 GSS32 为例评估方法的精密度。六次测定结果如表 4 所列, RSD% 均小于 1%, 表明精密度优异。

表 4. 标准物质测定精密度 (单位: mg/kg)

	GSS30	GSS32
测定值 1	4.13	2.41
测定值 2	4.08	2.38
测定值 3	4.11	2.44
测定值 4	4.15	2.42
测定值 5	4.09	2.40
测定值 6	4.11	2.39
RSD%	0.61	0.90

## 结论

本研究采用电热板四酸消解方式, 使用配备标准一体化热解涂层石墨管的 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收光谱仪, 并以硝酸钯为基体改性剂, 对土壤中的 Be 元素进行分析。结果表明, 该方法具有良好的检测限、准确度和精密度, 完全满足建设用地土壤污染风险筛选值和管制值中 Be 元素的限量要求。

## 参考文献

1. GB36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准
2. HJ737-2015 土壤和沉积物 镉的测定 石墨炉原子吸收法
3. GB17378.5-2007 海洋监测规范第五部分: 沉积物分析

## 结果与讨论

### 标准曲线

进样分析浓度分别为 0、1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0 ng/mL 的铍 (Be) 校准标样 (其中含 1% 硝酸钯), 绘制校准曲线, 并进行线性回归分析; 结果图 1 所列, 表明在 0.00–5.0 ng/mL 的浓度范围内, 铍 (Be) 浓度与吸光度之间具有良好的线性关系。

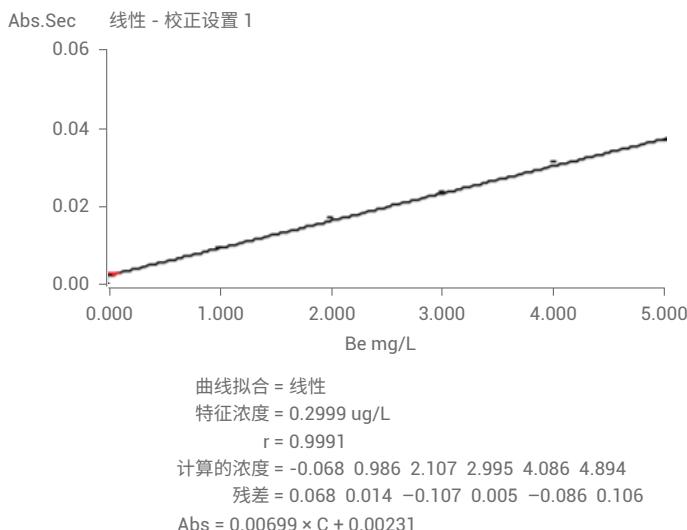


图 1. Be 元素的标准曲线参数

### 方法检测限

根据原子光谱方法检测限的定义, 对制备空白溶液重复测定 10 次, 根据 3 倍吸光度的标准偏差除以标准曲线斜率, 再乘以样品稀释倍数, 得出针对固体样品中铍的方法检测限为 0.12 mg/kg, 测定下限为 0.36 mg/kg, 完全满足《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准 (试行)》(GB36600-2018) 中最低筛选和管制值 15 mg/kg 的要求。

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)



微信搜一搜

Q 安捷伦视界 |

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司, 2020  
2020年4月26日, 中国出版  
5994-1995ZHCN

