

Research on the Detection and Analysis Method of Rare Toxic Heavy Metal Bismuth Element in Soil

Guidong Lin

Guangdong Ikeao Intelligent Technology Co., Ltd., Shantou, Guangdong, 515000, China

Abstract

This paper compares various pre-treatment methods for the determination of heavy metals in soil, including water bath digestion, graphite digestion, and electric plate digestion, to perform pre-treatment digestion and analysis of rare toxic heavy metal bismuth (Bi) in soil. The optimal pre-treatment method is the water bath digestion method, which provides a scientific and reliable detection and analysis method for accurately detecting heavy metal bismuth in soil pollution detection, so that this rare toxic metal element can attract the attention of ecological and environmental workers and timely control its pollution risk.

Keywords

extraction of bismuth; ecological environment; soil pollution

研究土壤中罕见毒害性重金属铋元素的检测分析方法

林贵东

广东伊科澳智能科技有限公司, 中国·广东 汕头 515000

摘要

论文通过对比土壤中重金属测定的各类前处理方法: 水浴消解法、石墨消解法、电热板消解法, 对土壤中罕见毒害性重金属铋 (Bi) 进行前处理消解及分析。比选出最优的前处理方法为水浴消解法, 为土壤污染检测中准确排查重金属铋元素提供科学可信的检测分析方法, 以便该罕见毒害性金属元素引起生态环境工作者的重视, 及时管控其污染风险。

关键词

铋的前处理; 生态环境; 土壤污染

1 引言

铋 (Bi) 为一种金属元素, 无毒, 单质为银白色至粉红色金属^[1]。一方面, 铋多资源化应用于医药、催化剂、阻燃剂等行业; 另一方面, 铋分散在土壤中被植物、作物吸收后, 随食物进入人体将造成较严重的身体危害, 包括导致血管或组织局部溃疡或坏死, 引起高铁血红蛋白血症, 或长期贮存于肾脏形成严重肾炎等。

铋作为一种罕见金属元素, 常常被忽视, 因此其在土壤中的检测分析方法存在一定的优化空间。为向土壤污染调查及分析治理领域提供准确可信的数据, 土壤样品在进行铋的测定过程中, 其消解过程是否彻底、完全成为数据准确与否的关键。论文重点关注土壤中的铋在检测分析过程中前处理方法的改良, 并提出优化方法, 提升该元素检测分析的便捷性和准确性, 为生态环境土壤污染调查及治理领域提供科

学支撑。

2 实验部分

2.1 试剂及仪器

2.1.1 试剂

硝酸: 西陇化工, GR500mL。

盐酸: 西陇化工, GR500mL。

抗坏血酸: 国药试剂, GR100g。

硫脲: 国药试剂, GR100g。

硼氢化钾: 西陇化工, GR250g。

2.1.2 仪器设备

原子荧光光度计: 海光仪器 AFS-9710, 配置铋 (Bi) 空心阴极灯。

电热恒温水浴锅: 上海博讯 HH.S11-6。

全自动石墨消解仪: 格丹纳 DS-72。

数显电热板: 莱伯泰科 EG20A Plus。

2.1.3 标准物质

铋标准溶液: 坛墨质检, BW30015-1000-N-50, 1000mg/L。

【作者简介】林贵东 (1992-), 男, 中国广东汕头人, 本科, 助理工程师, 从事CMA环境监测全面技术, 自动监测智能化、自动化研究。

土壤标准样品：GSS-5、GSS-8a、GSS-22。

2.2 实验方法

2.2.1 前处理方法

①水浴消解法。称取 0.2g (精确至 0.0001g) 经风干、研磨并过 0.149mm 筛孔的土壤样品于 50mL 具塞比色管中, 加少许水湿润样品, 加入 10mL (1+1) 王水, 加塞摇匀, 于废水浴中消解 120min, 中间摇动几次。取下冷却, 定容, 待测^[3]。

②石墨消解法。称取 0.2g (精确至 0.0001g) 经风干、研磨并过 0.149mm 筛孔的土壤样品于 50mL 石墨消解管中, 加少许水湿润样品, 加入 10mL (1+1) 王水, 摇匀, 置于石墨消解仪上消解 60min, 之后取下, 冷却至室温, 使用慢速滤纸过滤至 50mL 容量瓶中, 定容, 待测^[4]。

③电热板消解法。称取 0.2g (精确至 0.0001g) 经风干、研磨并过 0.149mm 筛孔的土壤样品置于 100mL 锥形瓶中, 加入 6mL 王水溶液, 充分摇匀, 盖上玻璃漏斗, 于电热板上加热, 保持溶液处于微沸状态 2h。然后冷却至室温, 使用慢速滤纸过滤至 50mL 容量瓶中, 定容, 待测^[5]。

2.2.2 分析测试

①试料制备。分别量取 10mL 前处理试液于 50mL 容量瓶中, 加入 5.0mL 盐酸, 10mL 硫脲、抗坏血酸混合溶液, 充分摇匀, 定容, 静置 30min, 待测。

②标准曲线绘制。分别移取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL 100 μ g/L 铋标准溶液于 50mL 容量瓶中, 加入 5.0mL 盐酸, 10.0mL 硫脲、抗坏血酸混合溶液, 充分摇匀定容, 静置 30min, 待测。

仪器条件见表 1。

表 1 原子荧光工作条件

测定元素	灯电流 (mA)	负高压 (V)	原子化器温度 ($^{\circ}$ C)	载气流量 (mL/min)	灵敏线波长 (nm)
铋	60	270	200	800	306.8

2.3 实验结果

2.3.1 校准曲线

分别配置好 5% 盐酸及 2% 硼氢化钾溶液作为载流及还原剂, 依据表 1 设置好仪器条件, 从低浓度至高浓度测定标准溶液荧光强度, 以标准系列荧光强度为纵坐标, 溶液中相对应铋浓度 (μ g/L) 为横坐标, 绘制标准曲线。结果见表 2。

2.3.2 实验数据

分别对标准土壤样品 GSS-5、GSS-8a、GSS-22 使用不同消解方法进行提取, 并进行 6 次平行实验, 使用 AFS-9710 原子荧光光度计测定提取液的荧光强度, 并计算出土壤中铋的含量, 同时计算 6 次平行实验的平均值、相对偏差 (SD), 相对标准偏差 (RSD) 及相对误差。实验数据见表 3~ 表 5。

表 2 校准曲线实验结果

消解方法	浓度								校准曲线	相关系数
	0.0	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0			
水浴消解法	42.4	421.6	794.1	1564.2	2285.6	2900.1	3684.2	$y=361.27x+70.415$	0.9996	
电热板消解法	36.9	356.9	684.5	1408.8	2009.5	2700.4	3258.6	$y=326.16x+49.251$	0.9995	
石墨消解法	48.6	462.5	900.9	1786.4	2598.4	3356.8	4195.4	$y=414.41x+71.774$	0.9998	

单位: μ g/L

表 3 水浴消解法实验数据

样品编号 GSS-5	测试结果			备注
	GSS-8a	GSS-22		
测试结果 (mg/kg)	1	41.24	0.32	0.26
	2	42.36	0.32	0.24
	3	41.95	0.35	0.25
	4	43.58	0.34	0.27
	5	39.36	0.30	0.25
	6	40.17	0.32	0.26
平均值 (mg/kg)	41.44	0.33	0.27	
标准偏差 SD	1.39	0.02	0.01	
相对标准偏差 RSD (%)	3.36	6.13	3.75	
标准值 (mg/kg)	41 \pm 4	0.31 \pm 0.04	0.25 \pm 0.02	
相对误差 (%)	1.1	6.5	8.0	
结果符合度	合格	合格	合格	

表4 电热板消解法实验数据

样品编号 GSS-5	测试结果			备注
	GSS-8a	GSS-22		
测试结果 (mg/kg)	1	38.26	0.28	0.23
	2	39.47	0.29	0.25
	3	38.54	0.30	0.25
	4	39.66	0.27	0.22
	5	40.06	0.26	0.26
	6	37.59	0.32	0.21
平均值 (mg/kg)	38.93	0.29	0.24	
标准偏差 SD	0.87	0.02	0.02	
相对标准偏差 RSD (%)	2.22	6.88	7.58	
标准值 (mg/kg)	41 ± 4	0.31 ± 0.04	0.25 ± 0.02	
相对误差 (%)	-5.0	-6.5	-4.0	
结果符合度	合格	部分合格	部分合格	

表5 石墨消解法实验数据

样品编号 GSS-5	测试结果			备注
	GSS-8a	GSS-22		
测试结果 (mg/kg)	1	43.39	0.34	0.30
	2	41.66	0.32	0.26
	3	42.29	0.34	0.25
	4	45.84	0.31	0.24
	5	41.26	0.40	0.29
	6	42.29	0.33	0.25
平均值 (mg/kg)	43.46	0.34	0.27	
标准偏差 SD	1.96	0.03	0.02	
相对标准偏差 RSD (%)	4.52	8.49	8.37	
标准值 (mg/kg)	41 ± 4	0.31 ± 0.04	0.25 ± 0.02	
相对误差 (%)	6.0	9.7	8.0	
结果符合度	部分合格	部分合格	部分合格	

3 结语

经本研究实验分析,采用水浴消解法对土壤中的铍进行前处理消解,具有操作简便,仪器设备成本低等优点,同时消解器皿全程密闭,能较好地杜绝样品污染。本研究数据表明,水浴消解法实验数据的精密密度为3个前处理方法中最低,标准样品检测值均在标准值范围内,该前处理方法适合低浓度及高浓度样品的分析测试,是为土壤检测分析铍元素浓度提供极为便捷可操的处理方法。

过去,土壤污染调查与治理多着眼于镉、铅等重金属元素,二者已形成成熟准确的检测分析方法。在上述研究中,不难发现,除水浴消解法外,另外两种消解方法都存在不同程度的数据偏差问题,其中电热板消解法因电热板表面受热不均,导致样品消解出现精密度较高的情况,为2.22%~7.58%,并有部分标准样品测量值偏离标准值的情况。而石墨消解法因消解管属非封闭式,实验结果出现部分样品受污染的嫌疑,且由于消解孔位较多,控温分布不均,直接导致实验数据再现性差。铍的检测分析不同于其他重金属元素,仍存在一定的优化改进空间。

铍作为稀有金属元素,在土壤污染分析与治理领域着墨不多,然而,其样品前处理消解是否彻底,直接关系到检测数据的可信度和准确性,而一旦检测数据出现偏差,极易

造成潜在的铍污染风险“逍遥法外”,应充分引起生态环境污染治理工作者的重视。

综上,采用水浴消解法提取土壤中铍,实验数据准确度、精密度均表现优秀,使用较低的仪器耗材成本,可达到现阶段最好的结果。众所周知,土壤是人类赖以生存的本源,土壤环境是生态环境的最重要组成之一,因此准确调查分析土壤环境质量,是排查生态环境污染风险的重点举措。本研究旨在以翔实实验分析,为准确检出土壤中铍污染元素尽绵薄之力,也将在以后的工作研究中,继续着力于土壤中各类罕见的毒害性重金属元素分析检测方法的测试和改良,以期在土壤环境质量调查及风险分析方面贡献力量。

参考文献

- [1] 郭祖涛.铍元素的发展与应用[J].当代化工研究,2017(7):9-11.
- [2] HJ 680—2013 土壤和沉积物 汞、砷、硒、铍、锑的测定 微波消解/原子荧光法[S].
- [3] GB/T 22105.1—2008 土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法 第1部分:土壤中总汞的测定[S].
- [4] 严绮莉.多种前处理方法测定土壤中硒含量的研究[J].广东化工,2021,48(20):57-58.
- [5] HJ 803—2016 土壤和沉积物 12种元素的测定 王水提取—电感耦合等离子体质谱法[S].