

石墨炉原子吸收光谱法在土铅测定中的应用

夏慧 丰海燕

南通市海安生态环境监测站

DOI:10.12238/eep.v6i6.1879

[摘要] 土壤样品用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸消解,并加入基体改进剂磷酸氢二,采用灯作背景校正,用石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅的含量。加标回收率在98%~106%之间,RSD4.4%(=6)。方法的检出限为0.1mg/kg。应用该法对某区域背景采样点不同层中的背景值进行测定,结果表明,该区域土壤表层铅为251mg/kg,在纵向分布上无明显差异;与全国土壤表层铅的背景值2.0mg/kg相比,两者无明显差异。

[关键词] 石墨炉; 原子吸收光谱法; 土壤

中图分类号: S15 文献标识码: A

Application of Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy in Soil Lead Determination

Hui Xia Haiyan Feng

Nantong Haian Ecological Environment Monitoring Station Haian City

[Abstract] Soil samples were digested with hydrochloric acid nitric acid hydrofluoric acid perchloric acid, and matrix modifier dihydrogen phosphate was added. A lamp was used as background correction, and the lead content in soil was determined by graphite furnace atomic absorption spectroscopy. The recovery rate of spiking is between 98% and 106%, with an RSD of 4.4% (=6). The detection limit of the method is 0.1mg/kg. The method was applied to measure the background values in different layers of background sampling points in a certain area. The results showed that the lead content in the surface soil of the area was 251mg/kg, and there was no significant difference in vertical distribution; Compared with the background value of 2.0mg/kg of lead in the national soil surface, there is no significant difference between the two.

[Key words] graphite furnace; Atomic absorption spectroscopy; soil

引言

土壤是构成生态系统的基本要素之一,背景值的研究具有重要的理论和实践意义,可以为合理制定土壤环境质量标准提供科学依据,为评价城市固体废弃物土地利用、农业化学品投入等人类活动对土壤环境质量的影响提供参考依据。土壤中铅的测定方法有火焰原子吸收法、石墨炉原子吸收光谱法、X-荧光光谱法、电感耦合等离子体-质谱法等。本文用石墨炉原子吸收光谱法测定了土壤背景点不同土层中的铅。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

在本研究中,选用了PerkinElmer(型号:AA-100)石墨炉原子吸收光谱仪。该仪器具有高分辨率、高灵敏度的特点,能够准确测定土壤中微量金属元素的含量。光源采用PerkinElmer Lumina Hollow Cathode Lamp,其波长范围为190-900nm,强度经过精密调整以确保最佳的光谱性能。

在土壤样品的消解过程中,使用了具有高纯度的试剂,确保

实验的准确性和可重复性。具体而言,采用了质量分数为37%的盐酸、质量分数为69%的一硝酸、质量分数为48%的氢氟酸以及质量分数为30%的高氯酸。这一配比的试剂组合能够有效溶解土壤样品中的有机和无机成分,为后续的分析提供充分的物质基础。

为了进一步优化消解过程,引入了基体改进剂——质量分数为85%的磷酸氢二。适量的磷酸氢二被加入到消解液中,以减少干扰物质对铅的影响,并提高铅的释放率。这一步骤的精确控制对于减小实验误差和提高分析准确度至关重要。

标准铅溶液由国家标准物质研究所提供,其浓度为1000mg/L。通过逐步稀释,准确地制备出一系列标准溶液,用于构建标准曲线。这一系列溶液的浓度范围被精心选择,以确保涵盖待测样品中铅的预计浓度范围。

1.2 仪器工作条件

石墨炉原子吸收光谱仪的光源采用PerkinElmer Lumina Hollow Cathode Lamp,其工作波长范围设定在190-900nm。电流

和电压的设定在制造商建议的范围内,确保光源的稳定性和强度符合实验要求。灯的预热时间要在15-20分钟之间,以达到最佳光谱性能。

石墨炉的加热程序是实验中关键的一部分。升温阶段的温度控制要在合适的速率下进行,通常设置为10-15° C/s,以确保样品中的铅充分蒸发。等温阶段的时间要足够长,以保证铅的吸收信号稳定。冷却阶段的速率也需要适度,以防止石墨炉遭受过度热冲击。

为了进行准确的背景校正,采用灯进行校正。灯的波长和强度要与样品测量时的条件一致。背景校正的时间点要在样品测量之前进行,确保背景信号的准确性。校正后,应检查校正的效果,确保背景信号的稳定性和可靠性。

1.3 标准曲线

选择了国家标准物质研究所提供的质量浓度为1000mg/L的标准铅溶液作为基准。该溶液的准确浓度通过严格的质量控制程序确保,具有可追溯性。在制备标准曲线的过程中,使用高精度的量筒和分析天平,按照指定的比例,逐步稀释标准铅溶液,制备出一系列标准溶液。

为了构建标准曲线,选择了不同浓度的标准铅溶液作为标准点,通常涵盖预计样品中铅含量的范围。这些标准点的吸光度值通过石墨炉原子吸收光谱法测量,同时考虑背景校正的影响。每个标准点都进行多次测量,以提高实验的精度和可靠性。

在实际测量中,通过不同标准点的吸光度值绘制出标准曲线。该曲线的斜率、截距和相关系数等参数被精确计算,以确保曲线与实验数据的拟合程度良好。标准曲线的建立是为了后续通过测量待测样品的吸光度值,利用曲线方程进行铅含量的准确定量。

1.4 试验方法

土壤样品的消解过程是确保有效释放铅元素的关键步骤。首先,取适量土壤样品,加入盐酸、一硝酸、氢氟酸和高氯酸的混合物中,然后在严格控制的温度下进行加热消解。消解液中添加了基体改进剂磷酸氢二,以减少干扰物质的影响,并提高铅的释放效率。整个消解过程旨在将土壤样品中的有机和无机物质充分溶解,使其在后续的测量中能够被准确检测。

基体改进剂磷酸氢二的添加量是根据实验优化的结果确定的,确保了消解液中的磷元素与铅形成稳定的化合物,从而提高铅的吸收信号。适量的磷酸氢二不仅有助于减小干扰,还有助于提高实验的精密度和准确度。

在土壤样品消解液准备好后,通过石墨炉原子吸收光谱法对土壤中的铅含量进行测定。通过测量吸光度值,并结合标准曲线,可以精确地定量土壤样品中的铅含量。为了提高测量的准确性,每个样品都进行了多次测量,确保结果的可靠性。

为了验证方法的准确性,进行了加标实验。已知浓度的标准铅溶液被加入到已知铅含量的土壤样品中,然后按照相同的程序进行测定。通过比较加标前后的测量结果,计算加标回收率,以评估方法的精确性和可靠性。

实验中采用的方法的检出限是通过空白样品进行多次测量得出的。检出限的计算基于空白样品的标准差和斜率等参数。这一值为0.1 mg/kg,表示在这个浓度以下的铅含量难以准确测定。

2 结果与讨论

2.1 基体改进剂的选择

基体改进剂的选择对于石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅含量的准确性和灵敏性至关重要。在的研究中,经过系统比较和考虑,最终选择了磷酸氢二作为基体改进剂,磷酸氢二与铅形成的化合物具有良好的稳定性,能够在分析过程中有效防止铅的干扰和干扰物质的影响。这有助于提高土壤样品中铅的吸收效率和准确性。磷酸氢二对于其他可能存在的干扰物具有较高的选择性。其化学性质使其更倾向于与铅形成稳定的络合物,而不与土壤样品中的其他元素发生显著的相互作用,从而最小化了测量中的干扰。磷酸氢二的添加操作相对简便,无需复杂的前处理步骤。这有助于提高实验的可重复性和效率,同时保持实验流程的相对简便性。发现磷酸氢二在类似土壤样品中的应用已经取得了良好的效果,这为的选择提供了科学的依据。磷酸氢二是相对廉价且易获取的试剂,其成本效益高,适用于大规模土壤样品分析。

2.2 基体改进剂浓度的选择

基体改进剂磷酸氢二的浓度是影响石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅含量的关键因素之一。在的研究中,通过一系列实验和优化步骤来选择最适宜的浓度,确保在提高实验准确度的同时,避免引入过多的干扰物。进行了一系列优化实验,涵盖了不同浓度范围的磷酸氢二。通过在实验中测定铅的吸收信号,评估了不同浓度下磷酸氢二的影响,以找到一个最佳的浓度范围。着重考虑了磷酸氢二浓度对于降低可能存在的干扰物影响的效果。通过适量的磷酸氢二,旨在形成铅和磷的稳定络合物,减小与其他元素的相互干扰,确保测定结果的准确性。注意观察了不同浓度下铅的吸收信号强度。确保选择的浓度既能够提供足够强的信号以获得准确的测量结果,又不至于造成信号饱和或过度干扰。考虑了在不同浓度下实验操作的简易性和可行性。选择的浓度应当在实验室条件下易于操作,以提高实验的可重复性和效率。

2.3 线性范围和检出限

石墨炉原子吸收光谱法在测定土壤中铅含量时,确保方法的可靠性和灵敏性需要经过严格的线性范围和检出限的确定步骤。首先,通过使用一系列不同浓度的标准铅溶液绘制了标准曲线,覆盖了感兴趣的铅含量范围。这一过程是为了确保所建立的标准曲线能够准确反映不同铅含量下的吸光度信号。在标准曲线的统计分析中,计算了曲线的斜率、截距和相关系数等参数,以保证曲线与实验数据的拟合程度良好。观察标准曲线的线性程度是为了确定最适宜的线性范围。追求一个能够在实际样品中准确测定铅含量的范围,确保在该范围内吸光度信号与铅含量呈线性关系良好。检出限的确定经过多个步骤。首先,通过多

次测定空白样品的吸光度,计算出空白样品的标准差,这是背景噪音的度量。然后,通过标准曲线的斜率计算出方法的斜率。结合空白样品标准差、斜率以及统计学上的相关参数,计算出方法的检出限,即在实际样品中能够可靠检测到的最低铅含量。这一步骤保证了方法在应对低铅含量样品时的高灵敏性和可靠性。为验证方法在较低铅含量下的可靠性,进行了加标实验。向已知铅含量的样品中添加标准铅溶液,测定回收率。通过比较加标前后的测量结果,验证了方法在较低铅含量下的准确性和可靠性,进一步确保了该方法在实际土壤样品中的应用是可信赖的。

2.4 土壤背景样品的测定结果

通过应用优化的石墨炉原子吸收光谱法对某区域土壤背景样品进行测定,深入了解了该地区土壤中铅的含量情况。测定结果显示,该区域表层土壤的铅含量达到251mg/kg,准确地反映了该地表层土壤中铅的实际水平。在对不同土层进行背景值测定的过程中,注意到纵向分布上没有明显的差异。这一观察结果为提供了关于土壤垂直分布情况的重要信息,为进一步了解土壤中铅的迁移和分布提供了基础。将该区域土壤表层铅含量与全国土壤表层铅的背景值进行比较进一步揭示了该地区的特殊情况。结果显示,该区域土壤表层铅含量明显高于全国平均水平(2.0mg/kg),差异显著。这可能意味着该地区受到了人类活动的显著影响,如工业排放或农业活动,导致土壤中铅含量的明显升高。为了验证方法的准确性,进行了加标实验。结果表明,该方法在实际土壤样品中的应用是可靠的,加标后能够准确测定土壤中的铅含量。加标回收率在98%~106%之间,进一步验证了该方法的精确性和可靠性,为后续环境评估和土壤管理提供了可信的数据支持。这些发现不仅为该地区的土壤环境状况提供了全面的了解,也为制定有效的环境保护措施提供了科学依据。

3 结论

通过本研究,成功地应用石墨炉原子吸收光谱法对某地区土壤中铅含量进行了测定。通过优化方法,选择了磷酸氢二作为

基体改进剂,确保了实验的准确性和稳定性。研究结果显示,该方法在实际土壤样品中的应用是成功的。在方法验证方面,明确了方法的线性范围,并计算得出检出限为0.1mg/kg。这表明该方法不仅可以准确测定较高铅含量的样品,而且在微量铅的检测方面也表现出很高的灵敏性。针对特定地区的土壤背景值研究,测定了表层土壤中的铅含量为251mg/kg,且在不同土层间的纵向分布上无显著差异。与全国平均值相比,该地区的土壤表层铅含量明显偏高,可能受到人类活动的影响,需要引起重视。通过加标实验,验证了方法的准确性和可靠性,加标回收率在98%~106%之间。这进一步确认了所优化的石墨炉原子吸收光谱法在实际土壤样品中的可行性和可靠性。本研究为该地区土壤中铅的测定提供了一种准确、灵敏的方法,并为进一步的环境影响评估和土壤管理提供了科学依据。未来的研究可以拓展对土壤铅污染的深入认识,以制定更精准的环境保护措施。

[参考文献]

- [1]樊蕾,王甜甜,姚明星,等. 铈铜试金-石墨炉原子吸收光谱法测定地球化学样品中痕量钨[J]. 冶金分析,2022,(008):042.
- [2]王甜甜,郭晓瑞,毛香菊,等. 锡试金富集-微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定地球化学样品中痕量铈和铀[J]. 冶金分析,2021,041(009):70-76.
- [3]程光磊,王学江. 悬浮液进样-石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中的微量银[J]. 化学研究与应用,2022,(007):034.
- [4]马文进. 石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中铅和镉[J]. 环境与发展,2017,29(3):199-200.
- [5]魏洪敏,孟范胜,孔轶,等. 超声提取-石墨炉原子吸收光谱法测定高纯石墨中铅的含量[J]. 理化检验(化学分册),2023,59(9):1028-1031.

作者简介:

夏慧(1983--),女,汉族,江苏人,本科,中级,研究方向:环境监测。