

使用 Agilent 280Z 石墨炉原子吸收光谱仪结合 O-mega 石墨管对土壤中的 Pb 元素进行快速测定



作者

倪英萍, 冯文坤, 刘毅, 吴春华
安捷伦科技(中国)有限公司

摘要

本文介绍了采用配备特有的 O-mega 一体平台石墨管的安捷伦石墨炉原子吸收光谱仪快速测定建筑用地和农耕地土壤中 Pb 元素的方法。在样品测试序列中, 每隔 20 个样品监测一次试剂空白、土壤质控样和实验室连续验证校正溶液, 以验证样品测定数据的准确度和可靠性, 并对该方法长期稳定性进行了验证。连续运行一百多个土壤样品, 所得到的土壤质控样的回收率为 101%–105%, 实验室连续验证校正溶液的回收率为 104%–115%, 有助于样品通量大的实验室提高效率, 并同时保证分析结果的有效性和可靠性。

前言

近年来，土壤环境污染日益严重，国家高度重视土壤环境保护工作。2016年5月，国务院印发《土壤污染防治行动计划》，要求对农用地实施分类管理，保障农业生产环境安全；实施建设用地准入管理，防范人居环境风险。紧接着，生态环境部印发《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准（试行）》《土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）》，对监控项目及检测方法均做了详细规定。对于农用地和建设用地土壤污染物 Pb 元素的检测，均推荐采用灵敏度高的传统石墨炉原子吸收法。

商品化石墨炉原子吸收仪大多采用的塞曼背景校正单光束设计，在分析土壤等复杂基质样品时，需经常重置斜率或重校曲线以保证测定结果的可靠性，但是该操作极大地降低了样品分析的通量，降低了分析效率。本文采用配备独有的 O-mega 平台石墨管、PSD120 自动进样器和专有的塞曼背景校正技术的 Agilent AA280Z 石墨炉原子吸收光谱仪，在连续运行上百个土壤样品时无需重置斜率或重新校准曲线，同时可以保证获得极佳的测定稳定性和准确度。

实验部分

试剂和样品

65% 浓硝酸（优级纯）购自西格玛；49% 氢氟酸（优级纯）购自巴斯夫；高氯酸（分析纯）购自国药；99.5% 磷酸二氢铵购自西格玛；所用实验用水为 Millipore Milli-Q 超纯水系统现制备的高纯去离子水。

10 mg/L 多元素混合标准溶液得自安捷伦（部件号 8500-6940）。

土壤成分分析标准物质 GBW07453(GSS-24)，购自地球物理地球化学勘查研究所。

仪器和设备

采用 Agilent 280Z 原子吸收光谱仪，配备 PSD120 自动进样器、镉元素空心阴极灯（部件号 5610122700）和 O-mega 平台石墨管（部件号 6310003700）。

标样配制

50 ng/mL 标准储备液的配制：采用 1 mL 移液枪准确移取 0.25 mL 10 mg/L 标准溶液于 50 mL 容量瓶中，用 1% 硝酸溶液定容至刻度。

制备液：1% 硝酸溶液。

基体改性剂：1% 磷酸二氢铵，磷酸二氢铵固体采用高纯水稀释配得，现配现用。

校准标样的配制：采用 Agilent AA280Z 石墨炉原子吸收光谱仪标配的 PSD120 自动进样器自动配制校准标样，浓度分别为 0、20、40、60、80 和 100 ng/mL。

样品前处理

准确称取 0.2 g 试样于 50 mL 聚四氟乙烯坩锅中，依次加入 5 mL 浓硝酸、2 mL 氢氟酸和 2 mL 高氯酸；加盖后置于电热板上，在 175 °C 下加热 2 小时左右（或过夜）；然后开盖，继续加热至内容物呈粘稠状；取下冷却后，全部转移至 50 mL 容量瓶中，用高纯水定容至刻度线，摇匀。经 0.45 μm 滤头过滤后，取澄清滤液上机检测。同时采用相同的步骤对 2 份制备空白进行处理。

石墨炉原子吸收分析条件

表 1. Agilent 280Z 仪器参数

	Pb
灯电流 (mA)	10
波长 (nm)	283.3
狭缝宽度 (nm)	0.5
石墨管	O-mega 热解涂层管
背景校正	塞曼
基体改性剂	1% 磷酸二氢铵 5 μL
进样体积 (μL)	10
元素灯	普通空心阴极灯
积分方式	峰面积
热针进样	开启, 40 °C

石墨炉原子吸收升温程序的优化

安捷伦石墨炉原子吸收仪可以通过内置的可视彩色摄像头来优化并确认最佳的干燥时间。灰化和原子化温度可通过安捷伦内置的 SRM（表面响应方法学）自动优化。对标样和样品消解液分别运行 SRM，其设置参数及优化结果见下表 2、表 3 和图 1。

表 2. SRM 参数设置

灰化	800 °C
改变量	300 °C
原子化	1700 °C
改变量	300 °C

表 3. SRM 优化的最佳灰化温度和原子化温度

	标样	样品溶液
灰化温度 (°C)	625	621
原子化温度 (°C)	1781	1806

结果与讨论

标样和样品中 Pb 吸收峰的重叠图

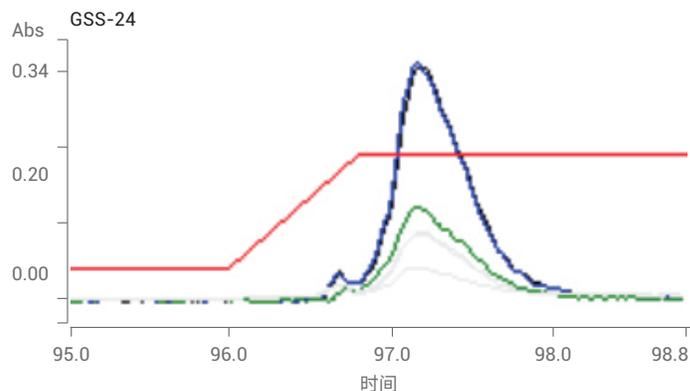


图 2. Pb 的吸收峰重叠

图 2 给出了标样和样品中 Pb 吸收峰的重叠图，蓝色为标样的吸收峰，绿色为样品的吸收峰，两者重合得很好。表明采用的升温程序可基本消除样品基质的影响，这对于保证分析结果的准确度非常重要。

校准曲线、相关系数及方法检测限

进样分析 Pb 浓度为 0、20、40、60、80 和 100 ng/mL 的校准标样（含 1% 硝酸介质），并对结果进行线性回归分析，结果如表 4 所列。

表 4. Pb 元素的线性回归方程和相关系数

分析物	线性回归方程	相关系数 r
Pb	$Abs = 0.00203 * C + 0.00438$	0.9998

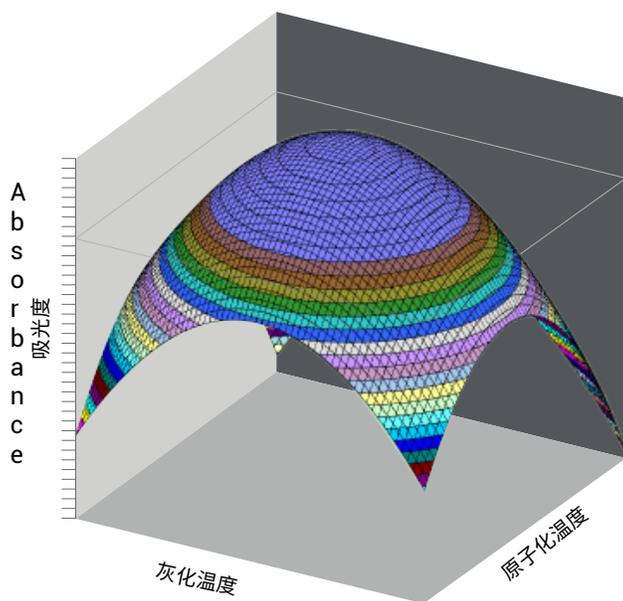


图 1. SRM 显示结果

从表 2 可知，标样和样品获得的最佳灰化温度和原子化温度都很相似，说明所用的基体改性剂是适合此类基体。表 4 为优化后的测定土壤样品中 Pb 的最佳升温程序。

表 4. Agilent 280Z 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	30.0	0.3
3	625	15.0	0.3
4	625	10.0	0.3
5	625	1.0	0.0
6	1800	0.8	0.0
7	1800	2.0	0.0
8	2300	2.0	0.3

在 0.00–100 ng/mL 的浓度范围内, Pb 浓度与吸光度之间存在良好的线性, 相关系数 $r = 0.9998$ 。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 7 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, 得出针对固体样品的方法检测限为 0.088 g/mL, 方法定量下限 0.26 g/mL, 完全满足土壤中 Pb 的检测要求。

土壤样品检测的长期稳定性

为验证该方法检测大批量样品的稳定性和数据可靠性, 在运行上百个土壤样品时, 每隔 20 个样品监测一次制备空白、土壤成分分析标准物质 GBW07453(GSS-24) 的消解液和实验室连续校正标准溶液 (CC), 结果参见表 5 和图 3。

表 5. 土壤质控样 GSS24 和实验室连续校正标准溶液测定结果

试管号	样品名称	标准值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
1:02	GSS24	40±2	38.5	96%
1:03	CC-50ng/mL	/	57.5	115%
1:24	GSS24	40±2	40.0	100%
1:25	CC-50ng/mL	/	52.6	105%
1:51	GSS24	40±2	41.2	103%
1:52	CC-50ng/mL	/	53.2	106%
1:78	GSS24	40±2	41.8	105%
1:79	CC-50ng/mL	/	52.8	106%
1:105	GSS24	40±2	38.3	96%
1:106	CC-50ng/mL	/	52.0	104%

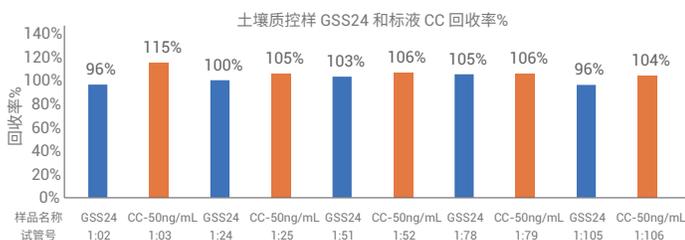


图 3. 土壤成分分析标准物质 GSS24 和 50 ng/mL 实验室连续校正溶液测定回收率

从表 4 和图 3 可知, 在整个分析过程中未采用重置斜率和重新校准曲线的情况下, 土壤成分分析标准物质 GSS24 的回收率为 96%–106%, 50 ng/mL 实验室连续校正标准溶液回收率为 104%–115%, 表明 O-mega 热解涂层石墨管有助于提高石墨炉分析复杂基质样品的长期稳定性, 简化分析流程并提高实验室通量。

结论

本实验使用 O-mega 热解涂层平台石墨管结合峰面积积分, 以磷酸二氢铵作为基体改性剂, 使用 Agilent 280Z 石墨炉原子吸收仪测定农用地和建筑用地土壤中的 Pb 含量, 随样品检测序列中监测土壤成分分析标准物质和实验室连续校正标准溶液, 测定结果值与标准值吻合, 且在整个检测过程中无需重置斜率或重新校正曲线。280Z 石墨炉原子吸收仪拥有专利的塞曼背景校正技术, 结合安捷伦特有的 O-mega 热解涂层石墨管保证纵向加热的石墨炉具有卓越的分析稳定性, 线性相关系数大于 0.995, 方法检测限为 0.088 g/mL, 方法定量下限 0.26 g/mL, 完全满足土壤样品的分析要求。

参考文献

1. GB 15618-2018 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准
2. GB36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准
3. GB/T 17141 土壤质量铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

查找当地的安捷伦客户中心:

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

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn



微信搜一搜

安捷伦视界

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7月31日, 中国出版
5994-2063ZHCN

