

流动注射 - 氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定土壤中铅

时岚¹, 叶国英²

(1 苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011; 2 江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210036)

摘要: 采用流动注射 - 氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定土壤中的铅, 工作曲线线性关系良好, 检出限为 0.25 mg/kg, 相对标准偏差 < 3.5%, 加标回收率为 93.0% ~ 105%。该方法简便快速, 测定结果准确可靠。

关键词: 流动注射; 氢化物发生; 原子荧光光谱法; 铅; 土壤

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2006)03-0026-02

To Detect Lead in Soil by Flow Injection-Hydride Generation-Atomic Fluorescence Spectrometry

SHILan¹, YE Guo-ying²

(1 Suzhou New District Environmental Monitoring Center, Suzhou, Jiangsu 215011, China;

2 Jiangsu Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210036, China)

Abstract To detect Lead in soil with flow injection (FI)-hydride generation-atomic fluorescence spectrometry (HG-AFS) was posed. The detection limit of this method is 0.25 mg/kg, the recovery rate was between 93.0% to 105%, relative standard deviation was less than 3.5%. The method is simple and rapid with satisfactory results.

Key words Flow injection; Hydride generation; Atomic fluorescence spectrometry; Lead; Soil

环境土壤中微量铅的测定, 有石墨炉原子吸收光谱法^[1]和氢化物发生 - 原子吸收光谱法^[2]等。今采用流动注射 - 氢化物发生 - 原子荧光光谱法测定土壤中的铅, 方法简便快速, 结果令人满意。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

AF-230型附流动注射的双道非色散原子荧光光谱仪(北京海光公司); 铅特种空心阴极灯。

1.00 g/L 铅标准储备液(国家标准物质研究中心); 5.00 mg/L 铅标准使用液: 将铅标准储备液用 2.0% 硝酸溶液逐级稀释而成; 20 g/L 硼氢化钾 - 15 g/L 铁氰化钾 - 5 g/L 氢氧化钾溶液; 硝酸、盐酸均为优级纯; 蒸馏水经去离子交换。

1.2 仪器工作参数

灯电流 55 mA, 负高压 365 V, 炉温 800 °C, 原子化器高度 8 mm, 读数 16 s, 延迟时间 2 s, 氩载气流量 600 L/min, 屏蔽气流量 900 L/min, 峰面积

积分。

1.3 试验方法

准确称取经 105 °C 干燥并过 200 目筛的土壤样品 0.100 g 于聚四氟乙烯高压罐内, 加入王水 1.0 mL, 同时做试剂空白。将高压罐盖拧紧, 置于干燥箱中于 160 °C 加热 5 h, 冷至室温, 取出, 于通风柜内将样品消解液转移至 100 mL 容量瓶中, 用 2.0% 盐酸溶液定容。将待测铅标准系列或样品溶液与 20 g/L 硼氢化钾 - 15 g/L 铁氰化钾 - 5 g/L 氢氧化钾溶液, 分别由流动注射蠕动泵两个管道注入反应管中, 经反应生成铅烷, 与同时产生的氢气载入氩氢火焰原子化, 从而测得铅原子荧光强度。

2 结果与讨论

2.1 酸与酸度选择

收稿日期: 2006-01-10 修订日期: 2006-04-06

作者简介: 时岚(1969-), 女, 江苏苏州人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

试验表明, 盐酸更易使铅形成铅烷。盐酸溶液体积分数在 1.0% ~ 3.0%, 原子荧光强度最大且恒定, 该试验选用 2.0% 盐酸溶液。

文献 [1] 推荐用密封高压罐消解土壤样品, 称取 1.000 g ~ 2.000 g 样品于高压罐中, 加入硝酸和高氯酸各 5 mL。该试验将称样量改为 0.100 g 加入王水 1.0 mL ~ 3.0 mL, 测定土壤标样, 结果与保证值相符。为降低空白, 该试验选用 1.0 mL 王水消解样品。

2.2 工作曲线

将 5.00 mg/L 铅标准使用液用 2.0% 盐酸溶液配制成 0.00 $\mu\text{g/L}$ 、25.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、75.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 和 200 $\mu\text{g/L}$ 标准系列, 工作曲线回归方程为 $I_f = 127c + 22.9$ 相关系数 $r = 0.9996$

2.3 铁氰化钾溶液质量浓度

铁氰化钾对铅具有氧化和络合两种作用^[3]。试验发现, 铁氰化钾加入碱性硼氢化钾溶液中, 两

种试剂均显稳定, 可用一根导管注入, 使铅形成铅烷。铁氰化钾溶液质量浓度从 10 g/L 开始, 试验效果已趋最佳, 该试验选用 15 g/L 铁氰化钾溶液。

2.4 共存元素干扰

土壤基体成分较为复杂, 高含量 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 PO_4^{3-} 等对铅的测定均有不同程度的干扰。当样品溶液与 15 g/L 铁氰化钾溶液混合后, 上述共存离子的干扰基本消除。

2.5 检出限

连续测定试剂空白溶液 11 次, 以 $3s$ 计算检出限为 0.25 mg/kg

2.6 精密度与准确度

在最佳工作条件下, 测定 3 种土壤样品中的铅 ($n = 11$), $\text{RSD} < 3.5\%$, 加标回收率为 93.0% ~ 105%。测定 ESS-3 土壤标样, 测定值为 33.8 $\mu\text{g/g}$ 在保证值 (33.3 ± 1.3) $\mu\text{g/g}$ 范围内, 表明方法准确可靠。精密度与准确度试验结果见表 1。

表 1 精密度与准确度试验结果

土壤样品	测定值 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$				平均值 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	RSD /%	加标量 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	回收量 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	回收率 /%
1	52.6	50.7	49.6	53.1	51.5	3.4	100	105	105
2	65.1	63.4	66.3	64.8	64.9	2.1	50.0	47.3	94.6
3	38.4	35.5	37.8	37.2	37.2	3.0	30.0	27.9	93.0

3 结语

该试验改用密封高压罐消解土壤样品, 加入的酸量减少, 试剂空白降低。将铁氰化钾直接加入碱性硼氢化钾溶液中, 操作方便且稳定可靠, 更适用于土壤样品中铅的测定。

[参考文献]

[1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和

废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 331-438.

[2] 张佩瑜, 胡志勇. 铅的氢化物原子吸收光谱法研究及地球化学样品中铅的测定 [J]. 分析化学, 1987, 15(5): 404

[3] 邹艳, 金富霞, 邱德仁, 等. 铅烷发生机理研究 [J]. 理化检验 (化), 2001, 37(增刊): 127.

• 简讯 •

俄专家用堆肥法清除石化污染物

石化生产中废弃的油泥里常含有沥青树脂、苯酚、二甲苯等有毒甚至致癌的碳氢化合物。为了经济有效地处理这些污染物, 俄罗斯专家开发出了一种堆肥技术, 逐步清除油污并进行“废物利用”。

研究人员收集一种生物过滤工艺使用过的木屑填充料, 将这些木屑撒在特制的堆肥场底层。随后, 将晒干的石化油泥铺在木屑层上, 再往干油泥上撒木屑, 如此叠加并使总高度达到 1.4 m。木屑中含有特定的微生物, 能通过分解吸收, 清除、转化油泥中的污染物。如此堆肥一年半后, 油泥的碳氢化合物含量由最初的每公斤 56 g 降至每公斤 12 g 其中能稳定存在的多环芳香烃馏分减少了 90%。经如此处理的堆积物可用作培植土, 种植小水萝卜。

摘自 WWW.hbj.wuxi.gov.cn 2006 年 6 月 6 日