

石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中银

王霞, 陈素兰, 张祥志, 陈波

(江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210036)

摘要: 建立了土壤样品中痕量银的石墨炉原子吸收光谱测定方法, 优化了试验条件, 标准曲线线性关系良好, 当取样质量为 0.25 g 定容体积为 25 mL 时, 方法检出限为 0.01 mg/kg。经标准样品验证, 方法准确度符合土壤样品分析要求。

关键词: 银; 土壤; 石墨炉原子吸收光谱法

中图分类号: O 657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2007)04-0032-02

Silver Determination in the Soils by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

WANG Xia, CHEN Su-lan, ZHANG Xiang-zhi, CHEN Bo

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

Abstract Method was established to determine the trace silver in the soils by graphite furnace atomic absorption spectrometry. The experimental condition was optimized. The linear relation of method was good. The limit detection of method was 0.01 mg/kg at preparing digestive solution 25 mL by weighing about 0.25 g of soil sample. The method meets the accuracy requirements for trace silver determination in the soils with confirmation of standard reference samples.

Key words Silver; Soil; Graphite furnace atomic absorption spectrometry

研究表明, 长期吸收含银颗粒物和烟会引起银质沉着病, 影响人类健康^[1]。工业生产的迅速发展使大量银进入水体、土壤, 对人类的生存环境产生威胁。水中痕量银的测定方法已见报道^[2-4], 而土壤中痕量银的石墨炉测定方法国内报道较少。今在地质样品中银的分析基础上^[5], 试验了石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中银, 结果令人满意。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

Varian 220Z 型原子吸收光谱仪 (带自动进样器), 银空心阴极灯, 美国 Varian 公司; 国产热解涂层石墨管。

1 000 mg/L 银标准储备液 (5% HNO₃ 介质), 国家钢铁材料测试中心; 5.00 mg/L 银标准溶液, 取 1.00 mL 银标准储备液于 200 mL 棕色容量瓶中, 加入 2.0 mL 硝酸, 用蒸馏水定容; 0.020 mg/L 银工作溶液, 取 1.00 mL 银标准溶液于 250 mL 棕

色容量瓶中, 加入 2.5 mL 硝酸, 用蒸馏水定容; 5 g/L 磷酸二氢铵溶液; 硝酸、盐酸、高氯酸、氢氟酸, 优级纯。

1.2 仪器工作参数

波长 328.1 nm; 灯电流 10 mA; 狭缝 0.7 nm; 积分方式为峰高; 进样体积 20 μL; 基体改进剂加入体积 5 μL。

1.3 石墨炉升温程序

石墨炉升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

程序	温度 $\theta/^\circ\text{C}$	时间 t/s	氩气流量 $q_V/(\text{mL}\cdot\text{min}^{-1})$
干燥	85~120	55.0	3.0
灰化	400	1.0	3.0
原子化	2 000	2.8	0.0
除残	2 100	2.0	3.0

收稿日期: 2006-11-28 修订日期: 2007-06-07

作者简介: 王霞 (1978-), 女, 湖北襄樊人, 助理工程师, 硕士, 从事环境监测工作。

1.4 样品预处理

称 0.200 g~0.500 g 土壤样品于聚四氟乙烯坩埚中,加入 5 mL 盐酸,在电热板上低温加热,使样品初步分解,待蒸发至约剩 2 mL 时,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸、1 mL 高氯酸和 10 mL 氢氟酸,在电热板上中温加热,至冒尽白烟,并蒸至内容物呈白色或淡黄色粘稠状液体。视消解情况,可再加入 2 mL 硝酸、4 mL 氢氟酸和 0.5 mL 高氯酸重复上述消解过程。当白烟再次冒尽且坩埚内容物呈粘稠状时,取下稍冷,加入 1.0 mL 25% 硝酸溶液,用水冲洗坩埚壁,加热溶解盐类后,转移至 25 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置澄清待测。

2 结果与讨论

2.1 最佳原子化条件的选择

2.1.1 干燥温度

一般说来,干燥温度稍高于溶剂沸点。该试验所研究样品主要是稀硝酸溶液,故选择干燥温度为 110 ℃。

2.1.2 灰化温度

采用热解平台石墨管,加入银标准溶液 10 μL 和基体改进剂 5 g/L 磷酸二氢铵溶液 5 μL , 试验不同的灰化温度对吸光值的影响,结果表明,灰化温度低于 300 ℃ 时,吸光值逐渐下降,在 400 ℃ ~ 600 ℃ 之间,吸光值基本一致,出现一平台,故选择灰化温度为 400 ℃。灰化温度对吸光值的影响见图 1。

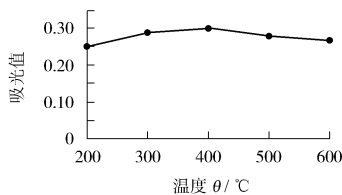


图 1 灰化温度对吸光值的影响

2.1.3 原子化温度

设定干燥温度 110 ℃, 斜坡方式 20 s 保持 10 s 灰化温度 400 ℃, 斜坡方式 1 s 保持 7 s。在此条件下, 试验不同的原子化温度对吸光值的影响, 结果表明, 原子化温度为 2 000 ℃ ~ 2 200 ℃ 时, 出现一平台, 考虑到石墨管温度过高会减少使用寿命, 选择原子化温度为 2 000 ℃。原子化温度对吸光值的影响见图 2。

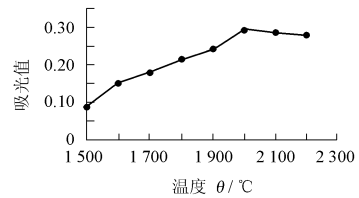


图 2 原子化温度对吸光值的影响

2.1.4 除残温度

除残温度应高于原子化温度, 该试验选择除残温度为 2 100 ℃。

2.2 标准曲线

由自动进样器配制 0 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ 、6 $\mu\text{g/L}$ 、8 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液系列, 以质量浓度为横坐标, 吸光值为纵坐标绘制标准曲线, 回归方程为: $y = 0.0396x - 0.0041$, $r^2 = 0.9992$ 。

2.3 检出限

将样品消解空白 20 μL 和 5 g/L 磷酸二氢铵溶液 5 μL 重复进样 11 次, 以 3 倍标准偏差计算, 当取样质量为 0.25 g 定容体积为 25 mL 时, 检出限为 0.01 mg/kg。

2.4 准确度

采用该方法测定 GSS-1、GSS-3 标准样品, 结果见表 2。

表 2 标准样品测定结果 ($n = 5$)

标准样品	测定均值 $w / (\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	标准值 $w / (\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	相对误差 /%
GSS-1	0.330	0.350	-5.7
GSS-3	0.084	0.087	-3.4

[参考文献]

- [1] 吴执中. 职业病 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1984: 56-72.
- [2] 朱炎坤. 石墨炉原子吸收光谱法直接测定水中的银 [J]. 实用测试技术, 2000(4): 33.
- [3] 高舟可, 陶锐, 姚世菊. 快速程序升温石墨炉原子吸收光谱法直接测定水中铬和银 [J]. 中国卫生检验杂志, 1997, 7(4): 195-197.
- [4] 杜青, 姚朝英. 火焰原子吸收光谱法测定水中银 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18(4): 25-26.
- [5] 陈素兰. 原子吸收法测定砷、锑、锡矿石中银 [J]. 江苏地质, 1998, 22(2): 91-93.