



使用 SIMAA 6000 原子吸收系统同步测定土壤中的痕量金属

Douglas Sears
Lee Davidowski

土壤中痕量金属的测定用于评估污染程度，或者用于监控生态修复的程度和效果。测量的元素可以多种多样，但通常会包括有毒的元素，如 As、Se、Tl 和 Pb。这些元素可存在于天然土壤中，也可在土壤中沉积，但其自身的浓度一般很低。来自工业生产的污染物或不当的废物排放通常造成了其浓度的升高。确定某处的污染程度或监控生态修复的过程可能需要多个测量，通过在所需的低浓度范围内同步测量多种元素可提高效率。本文介绍了使用石墨炉原子吸收和塞曼背景校正进行同步测量，对各种沉积物和土壤中四种元素的分析。

实验

珀金埃尔默 SIMAA™ 6000 原子吸收系统 (AAS) 用于所有测量。SIMAA 使用阶梯光栅光谱仪，将光线指向固态二极管阵列检测器，最多可同时检测六种元素。横向加热石墨炉和塞曼效应背景校正是恒温平台炉概念的重要组成部分，并且有助于从整体上消除干扰。按表 1 所示为 As、Se、Tl 和 Pb 设置了此原子吸收系统。

表 2 中显示了用于所有元素的石墨炉程序。所检测的样品为来自 High Purity Standards, Charleston, SC 经过验证的河口沉积物、河流沉积物和土壤的样品。上述材料是在 2% 的硝酸中制备的，可提供各种污染级别以及天然的元素组成级别。用于分析的方法遵照美国 EPA Method 200.9 方法中描述的流程。⁽¹⁾

表 1. 仪器参数

珀金埃尔默 SIMAA 6000 原子吸收系统				
元素	As	Se	Tl	Pb
波长 (nm)	193.7	196.0	276.8	283.3
灯	EDL	EDI	HCL	HCL
积分时间 (秒)	5	5	5	5
标准样 1 (µg/L)	15	15	15	15
标准样 2 (µg/L)	45	45	45	45
标准样 3 (µg/L)	150	150	150	150
校正方法	零截距，非线性			
技术	塞曼背景校正			
信号处理	峰面积			
重复次数	3			
样品体积	20 µL			
化学改性剂	5 µL 0.005 mg Pd 和 0.003 mg Mg(NO ₃) ₂			

该方法使用 STPF 概念，适用于 16 种元素，并且非常适合与同步原子吸收系统一起使用。在干燥和高温分解预处理阶段，此方法使用另一种气体（5% 氢气和 95% 氩气的混合气），以确保将样品中自身存在的 Cl 或消解过程中加入的 Cl 彻底清除。石墨炉程序中加入了一个吹扫石墨炉的步骤，以在原子化步骤之前清除残留的氢气。

结果和讨论

校正曲线显示在图 1 中。这些曲线为线性曲线，约为 150 $\mu\text{g/L}$ ，如果管理机构允许，也可顺利地用于更高浓度。在完整浓度范围内的校正曲线观测和 QC 检查可确保数据达到质量目标。表 3 中显示了预计的仪器检出限，该检出限是通过将低浓度标准样品的 7 次重复测量的标准偏差乘以 3 计算的。

此检出限受仪器性能的影响，并且可能会随着消解过程所引入的变化而不同。表中同时显示了仪器中所引入溶液的检出限，以及使用典型的消解方法（将 1 g 土壤消解并最终稀释到体积为 100 mL）可在土壤中检测到的检出限。

表 2. THGA 程序

步骤	温度 (°C)	匀变时间 (s)	持续时间 (s)	内部气体流速 (mL/min)	气体类型	读取步骤
1	110	1	30	250	Ar/H ₂	
2	140	15	30	250	Ar/H ₂	
3	800	10	20	250	Ar/H ₂	
4	200	1	30	250	Ar	
5	2150	0	5	0	Ar	×
6	2450	1	3	250	Ar	

进样温度为 110°C。

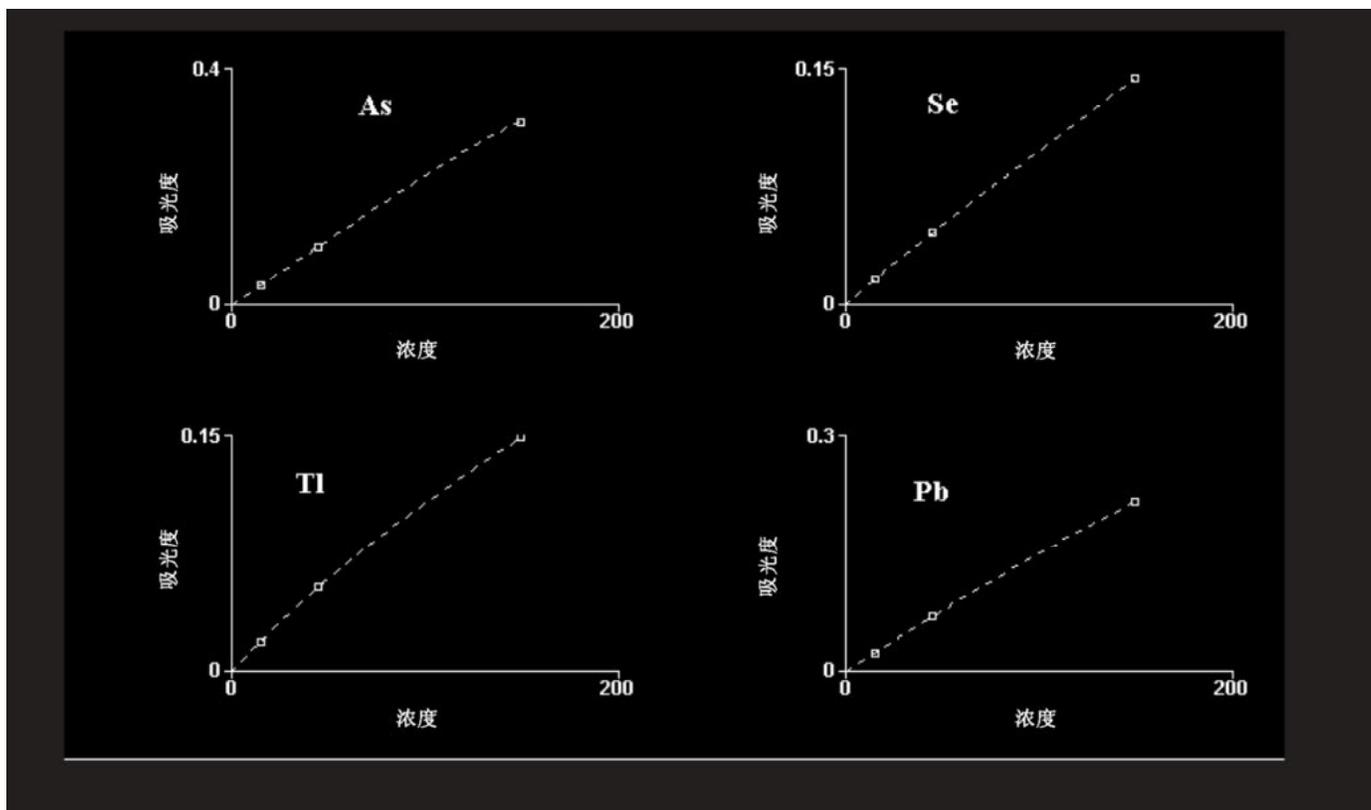


图 1. 校正曲线。

表 3. 预计检出限

元素	溶液 检出限 ($\mu\text{g/L}$)	土壤 检出限 (mg/kg)
As	1	0.1
Se	0.3	0.03
Tl	0.8	0.08
Pb	0.5	0.05

加标后的河流沉积物 A 的峰显示在图 2 中。请注意，背景信号很高，不过可轻松由塞曼背景校正补偿。

将此处获得的结果与表 4-8 中的验证值相比较。稀释倍数在某种程度上因污染程度而异，对于中度污染通常使用 0-2x 的稀释倍数。在污染程

度较高时，可指示此软件自动执行额外的稀释，以给出在此校正范围内的吸收值。在样品中的加标物为 $25 \mu\text{g/L}$ （某些情况下由仪器稀释），观测到了极好的回收率。

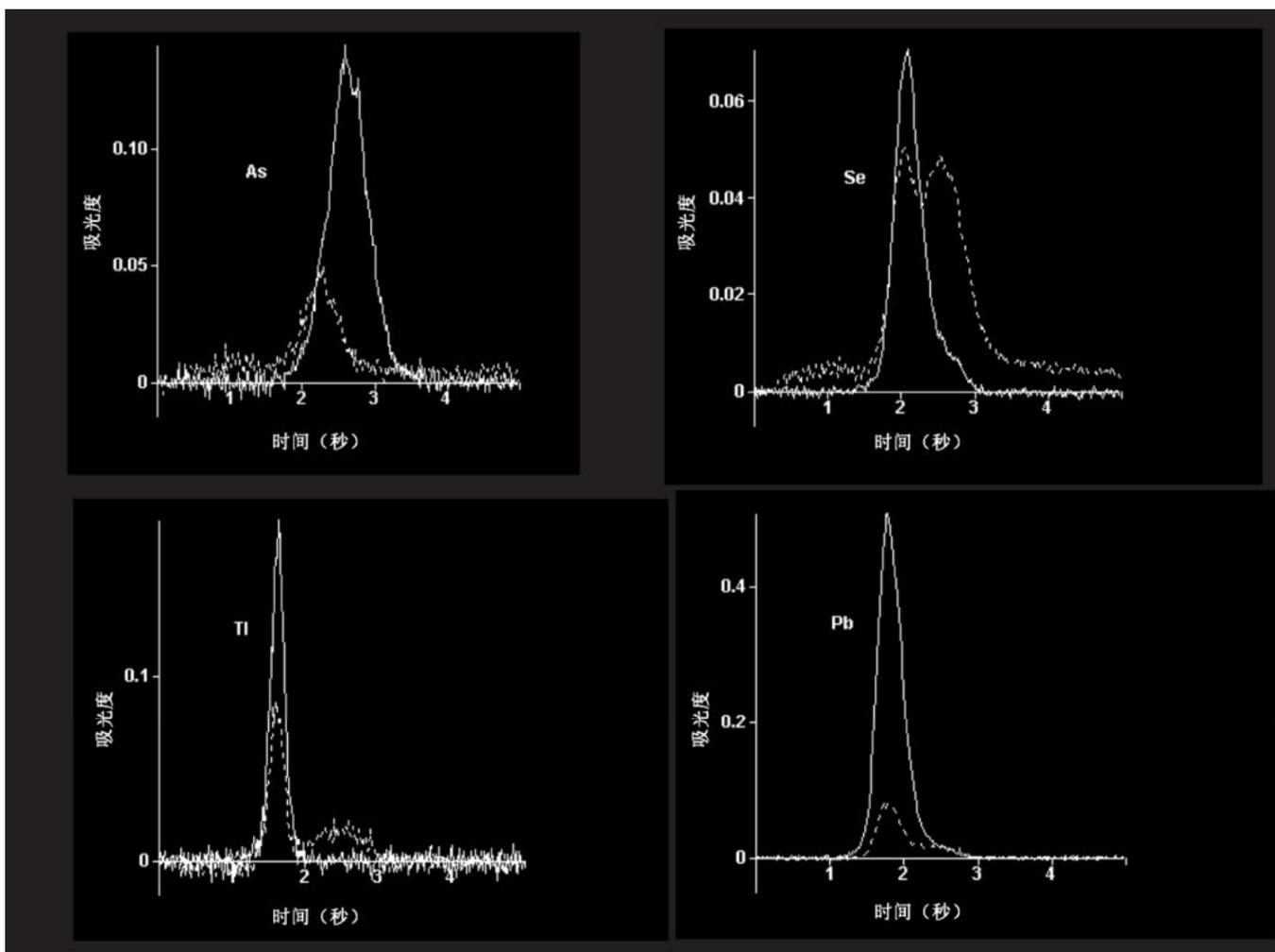


图 2. 加标的河流沉积物 A 的原子吸收峰（实线）和背景峰（虚线）。

表 4. 河流沉积物 A 的结果

分析物	验证值 ($\mu\text{g/L}$) \pm 0.5%	平均结果 (SD) ($\mu\text{g/L}$)	验证值的 回收率 (%)	加标物的 回收率 (%)
As	600	583 (4)	97.2	106
Se	20	23.4 (0.7)	117	95.5
Tl	10	10.4 (0.1)	104	103
Pb	7000	6360 (15)	90.9	113

表 5. 河流沉积物 B 的结果

分析物	验证值 ($\mu\text{g/L} \pm 0.5\%$)	平均结果 (SD) ($\mu\text{g/L}$)	验证值的 回收率 (%)	加标物的 回收率 (%)
As	200	210 (7)	105	114
Se	10	11.5 (1.3)	115	97.0
Tl	10	8.6 (0.7)	86.0	101
Pb	2000	1890 (36)	94.5	88.1

表 6. 土壤 A 的结果

分析物	验证值 ($\mu\text{g/L} \pm 0.5\%$)	平均结果 (SD) ($\mu\text{g/L}$)	验证值的 回收率 (%)	加标物的 回收率 (%)
As	150	146 (4)	97	109
Se	10	9.6 (0.5)	96.0	86.7
Tl	–	< DL	–	98.8
Pb	400	385 (2)	96.3	98.5

表 7. 土壤 B 的结果

分析物	验证值 ($\mu\text{g/L} \pm 0.5\%$)	平均结果 (SD) ($\mu\text{g/L}$)	验证值的 回收率 (%)	加标物的 回收率 (%)
As	6000	6546 (71)	109	97.4
Se	–	6.9 (0.3)	–	91.5
Tl	–	< DL	–	96.0
Pb	60 000	61 800 (130)	103	95.9

表 8. 河口沉积物的结果

分析物	验证值 ($\mu\text{g/L} \pm 0.5\%$)	平均结果 (SD) ($\mu\text{g/L}$)	验证值的 回收率 (%)	加标物的 回收率 (%)
As	100	86.7 (0.6)	86.7	86.7
Se	50	49.3 (1)	98.6	88.2
Tl	–	< DL	–	85.7
Pb	300	289 (0.5)	96.3	101

结论

土壤消解物中 As、Se、Tl 和 Pb 的同步测定已被证明是一种可行的分析方法。这四种元素的检出限极佳，即使挥发性不同在组合元素时也几乎不需要做任何调整。将横向加热炉、塞曼背景校正以及系统中提供的其它 STPF 元件配合使用，可减少干扰，降低此方法对标准样品添加的需求。

参考文献

1. EPA Method 200.9, The Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, Version 2.2, in Methods for the Determination of Metals in Environmental Samples, Supplement I, EPA/600/R-94/111, (May 1994).

PERKIN ELMER

关注我们。增进了解。

可访问我们的网站，网址为 www.perkin-elmer.com。

The Perkin-Elmer Corporation, 761 Main Avenue, Norwalk, CT 06859-0010 USA

电话: (800) 762-4000 或 (203) 762-4000 • 传真: (203) 762-4228

Perkin-Elmer 是珀金埃尔默公司的注册商标，SIMAA 是珀金埃尔默公司的商标。

订购号 D-5897 1998 年 9 月 KG099802 美国印制 © 1998 珀金埃尔默公司

ENVA-101

