

# 石墨炉原子吸收分光光度法测定土壤中铅、镉影响因素初探

陈 勇

云南省生态环境厅驻丽江市生态环境监测站 云南 丽江 674100

**摘要:** 石墨炉原子吸收分光光度法测定土壤中铅、镉时, 诸多因素影响测定结果。本文围绕仪器与设备参数, 如石墨炉升温程序、光源等; 样品前处理与进样, 包括消解、进样环节; 化学环境与基体, 涉及基体改进剂、共存离子等; 环境与操作条件, 涵盖实验室环境、气体、石墨管状态等方面展开探讨。分析各因素对铅、镉测定的影响机制, 为提升测定准确性与稳定性提供参考。

**关键词:** 石墨炉原子吸收分光光度法; 土壤; 铅镉测定; 影响因素

引言: 土壤重金属污染问题日益严峻, 铅、镉作为常见重金属污染物, 其准确测定对土壤环境监测与治理意义重大。石墨炉原子吸收分光光度法凭借灵敏度高、选择性好等优势, 成为测定土壤中铅、镉的常用方法。然而, 该方法在实际应用中, 受仪器设备、样品处理、化学环境及操作条件等多方面因素影响, 导致测定结果存在偏差。深入探究这些影响因素, 有助于优化测定方法, 提高测定结果的准确性与可靠性。

## 1 仪器与设备参数影响因素

### 1.1 石墨炉升温程序的影响

干燥阶段温度与时间合理设置是铅、镉测定准确性的基础。温度需控制在样品溶剂沸点以上、溶质分解温度以下, 时间需匹配样品液滴体积与黏度, 确保铅、镉样品溶液均匀铺展于石墨管内壁并完成干燥, 避免局部过热致溶质飞溅或干燥不彻底, 影响后续测定结果稳定性。灰化阶段温度与时间优化需结合铅、镉热稳定性及样品基体组成。温度过高易造成铅、镉挥发损失, 过低则无法有效去除基体干扰物质, 时间设置需与温度协同, 确保去除基体干扰时最大限度保留铅、镉组分, 为原子化过程奠基。原子化阶段温度与时间选择直接决定铅、镉测定灵敏度与准确度。温度需达铅、镉化合物完全解离温度, 确保铅、镉离子充分转化为基态原子, 时间需满足基态原子在石墨管内停留需求, 保障原子化充分彻底, 减少未原子化组分影响<sup>[1]</sup>。净化阶段条件设定的核心是清除石墨管内残留的铅、镉组分及基体杂质。温度需高于原子化阶段温度, 通过高温灼烧使残留物质完全挥发脱离石墨管, 时间需足够确保残留物质彻底清除, 避免残留组分污染后续测定样品, 保障测定结果的重复性与可靠性。

### 1.2 光源与光学系统的影响

铅、镉空心阴极灯工作电流的稳定性对测定结果至关重要。工作电流过高会导致灯源使用寿命缩短、发射谱线变宽, 电流过低则会使发射强度不足、信号稳定性变差, 适宜的工作电流可保证灯源发射出强度稳定、谱线尖锐的铅、镉特征谱线, 为准确检测提供基础。光谱通带宽度的选择需适配铅、镉测定的需求。通带宽度过宽会使杂散光进入检测系统, 干扰铅、镉特征谱线的检测, 导致测定结果偏高; 通带宽度过窄则会降低检测信号强度, 影响测定的灵敏度, 需根据铅、镉特征谱线的宽度及样品基体干扰情况, 选择适宜的光谱通带宽度, 确保检测信号的准确性与稳定性。

### 1.3 背景校正系统的影响

背景校正方式的选择需结合铅、镉测定过程中的背景特征。塞曼效应背景校正可有效校正原子化过程中产生的结构化背景干扰, 适用于基体复杂的铅、镉样品测定, 校正精度高且稳定性好; 氘灯背景校正主要针对紫外区的分子吸收背景干扰, 操作简便且成本较低<sup>[2]</sup>。不同背景校正方式的适配场景存在差异, 需根据样品基体组成、干扰类型及测定精度要求进行合理选择, 以降低背景干扰对铅、镉测定结果的影响。

## 2 样品前处理与进样影响因素

### 2.1 样品消解过程的影响

消解体系组成需结合土壤基质特性选择合适酸种类与配比, 适配土壤中铅、镉元素高效溶出需求, 合理搭配酸体系能够有效提升目标元素溶出效率, 满足土壤重金属检测的基础要求。消解温度与时间需精准控制, 温度过高或时间过长会导致目标元素挥发损失, 温度过低或时间不足则难以实现充分溶出, 需通过梯度试验确定

最优参数,保障铅、镉充分溶出。消解完全程度直接关系到检测结果可靠性,未消解完全的土壤基体残留会干扰铅、镉测定过程,需通过目视观察与仪器验证确认消解效果,减少残留基体带来的检测偏差,保障后续检测工作顺利开展。

## 2.2 样品进样环节的影响

进样体积准确性是保证铅、镉测定浓度代表性的关键。进样体积偏差会直接导致检测体系中铅、镉浓度偏离实际值,体积过大易造成石墨管过载,体积过小则会降低检测信号强度,需通过校准进样装置确保进样体积精准,使检测体系中铅、镉浓度能够真实反映土壤样品中目标组分含量。进样针位置与深度需精准调节,确保铅、镉样品溶液精准进入石墨炉。位置偏移或深度不当会导致样品溶液飞溅出石墨管,或无法均匀铺展于石墨管内壁,造成原子化效率下降,检测信号不稳定,需通过调试进样装置确定适宜的进样针位置与深度,保障样品溶液精准进入石墨炉内部。样品溶液物理性质对进样均匀性影响显著,主要体现在粘度与表面张力两个方面。粘度过大的样品溶液流动性差,易附着在进样针内壁导致进样量偏差;表面张力异常会使样品液滴无法形成稳定形态,进样过程中易出现液滴飞溅或铺展不均,需通过预处理调节样品溶液物理性质,保障铅、镉样品进样均匀性,提升测定结果稳定性。

## 3 化学环境与基体影响因素

### 3.1 基体改进剂的影响

基体改进剂种类选择需结合铅、镉测定需求,适配铅、镉稳定特性与检测体系要求。磷酸铵、硝酸钡等均作为土壤铅、镉测定中常用的基体改进剂,不同种类改进剂作用侧重点存在差异,需根据土壤基体组成、干扰类型及测定方法,选择适配的基体改进剂,确保能够有效稳定铅、镉组分,改善测定条件<sup>[3]</sup>。基体改进剂添加量与作用机理需精准把控,核心是提升铅、镉原子化效率,减少基体干扰。添加量过多会引入新的干扰组分,影响检测信号稳定性,添加量过少则无法发挥稳定铅、镉、抑制干扰的作用,需通过试验确定适宜添加量。作用机理主要是通过与铅、镉形成热稳定性适宜的化合物,避免原子化前挥发损失,同时抑制土壤基体中干扰组分的挥发与电离,间接提升铅、镉原子化效率。

### 3.2 土壤基体干扰的影响

#### 3.2.1 共存无机离子干扰

共存无机离子干扰是土壤基体干扰中最常见的类型,土壤中含有的多种无机离子(如氯离子、硫酸根离子、钙离子等)会对铅、镉测定产生不利作用。其干扰方式主

要分为两类:一类是部分离子与铅、镉形成难溶化合物,降低溶液中游离铅、镉离子的浓度,进而影响铅、镉的原子化效率,导致检测信号减弱;另一类是部分离子在原子化过程中会产生特征谱线,若该谱线与铅、镉的特征谱线重叠,会干扰检测信号的识别,导致测定结果出现偏差。

#### 3.2.2 有机质干扰

有机质干扰贯穿铅、镉溶出及测定的全过程,对测定结果的影响较为显著。当土壤中有有机质含量较高时,有机质会通过吸附作用结合土壤中的铅、镉组分,阻碍铅、镉从土壤基体中溶出,导致样品消解后溶液中铅、镉浓度偏低,出现测定结果偏小的情况。同时,有机质在灰化阶段不易被完全分解,会产生碳残留,该残留在原子化阶段会产生强烈的背景吸收,干扰铅、镉检测信号的精准捕捉,进一步影响测定结果的准确性。

#### 3.2.3 复杂基体引发的背景吸收与物理干扰

土壤基体组成复杂,包含多种矿物质、有机质及杂质,这些组分易引发背景吸收与物理干扰,直接影响铅、镉检测信号的准确性。背景吸收干扰主要是指基体组分在原子化过程中产生强烈的特征吸收,掩盖铅、镉的特征吸收信号,导致检测信号无法准确识别;物理干扰则主要源于基体组分导致的样品溶液物理性质(如粘度、表面张力)变化,以及石墨管表面状态的改变,这些变化会间接影响铅、镉原子化过程与信号响应强度,导致测定结果重复性变差、准确性下降。

## 4 环境与操作条件影响因素

### 4.1 实验室环境的影响

#### 4.1.1 环境洁净度控制

环境洁净度是避免外界铅、镉杂质干扰测定的核心前提,也是保障测定结果准确性的重要环节。铅、镉属于环境中易迁移、易吸附的重金属元素,实验室环境中的灰尘、试剂残留、实验器具表面附着物等都可能含有微量铅、镉,若环境洁净度不达标,这些杂质会混入样品溶液或检测系统,导致测定结果偏高,出现虚假阳性数据<sup>[4]</sup>。因此,实验室需保持洁净、通风,定期对实验区域进行全面清洁,减少环境中铅、镉杂质的积累。

#### 4.1.2 污染防控措施

污染防控需从实验器具、人员操作等多方面入手,从源头防止外界铅、镉杂质干扰测定过程。实验器具需选用专用型号,使用前进行严格清洗,避免不同样品间的交叉污染;实验台面、仪器表面需定期擦拭,清除残留的试剂与杂质;同时,需控制实验室人员进出,减少外界污染物带入,实验人员操作时需穿戴专用防护用品,避

免人体携带的杂质污染样品与仪器,保障测定数据的真实性与可靠性。

## 4.2 气体条件的影响

### 4.2.1 保护气体的纯度与流速控制

保护气体的纯度与流速直接关系铅、镉原子化效果,核心作用是避免铅、镉原子在原子化阶段被氧化。土壤铅、镉测定中常用氩气作为保护气体,若氩气纯度不足,其中含有的氧气、氮气等杂质会在原子化阶段与铅、镉原子发生反应,生成稳定的氧化物或氮化物,降低基态原子浓度,导致检测信号强度下降,影响测定灵敏度与准确性。流速设置需精准适配原子化过程,流速过快会带走石墨管内的热量与基态原子,缩短基态原子停留时间;流速过慢则无法有效排出石墨管内的杂质气体,无法形成稳定的惰性保护氛围,同样会导致铅、镉原子被氧化,需通过试验确定适宜的氩气纯度与流速。

### 4.2.2 载气流量的稳定性控制

载气流量稳定性是确保铅、镉样品均匀进入检测系统的关键,直接影响测定结果的重复性。载气的核心作用是将消解后的样品溶液平稳输送至石墨管内,若载气流量出现波动,会导致样品输送速度不均,部分样品无法及时进入石墨管,或进入石墨管的样品量出现偏差,使得检测体系中铅、镉浓度不稳定,进而导致检测信号波动。因此,需定期校准载气输送装置,检查管路密封性,避免管路漏气或堵塞导致流量异常,确保载气流量稳定,保障铅、镉样品均匀、平稳进入检测系统。

## 4.3 石墨管状态的影响

### 4.3.1 石墨管的类型选择

石墨管类型选择需适配铅、镉测定需求,不同类型石墨管对铅、镉原子化效果的影响存在显著差异。普通石墨管热传导效率与耐高温性能有限,在高温原子化阶段易发生损耗,且对铅、镉原子的吸附性较强,会导致基态原子损失,影响测定灵敏度;热解涂层石墨管表面覆盖耐高温涂层,可减少铅、镉原子的吸附,提升热稳定性与使用寿命,能够更好地适配铅、镉高温原子化的需求,提升原子化效率;平台石墨管可减少样品与石墨

管内壁的直接接触,避免样品飞溅与吸附,同时能够精准控制原子化温度,使铅、镉原子化过程更均匀、更彻底。实际应用中,需根据测定精度要求、样品基体复杂度,选择适配的石墨管类型。

### 4.3.2 石墨管的老化与使用寿命控制

石墨管的老化程度与使用寿命直接影响铅、镉测定信号的稳定性,需定期检查并及时更换石墨管。石墨管在多次高温使用后会老化现象,主要表现为管内壁磨损、变薄,热传导效率下降,对铅、镉原子的吸附性增强,同时可能产生裂纹或变形,导致原子化温度分布不均,基态原子生成不稳定,检测信号出现异常波动,甚至出现双峰或拖尾现象,严重影响测定结果的准确性。当石墨管使用次数达到其使用寿命,或出现明显老化迹象时,需及时更换,避免老化石墨管导致铅、镉测定信号异常,保障测定数据的稳定性与准确性。

## 结束语

石墨炉原子吸收分光光度法测定土壤中铅、镉时,仪器与设备参数、样品前处理与进样、化学环境与基体以及环境与操作条件等因素均会对测定结果产生显著影响。在实际测定过程中,需综合考虑各因素,通过合理设置仪器参数、优化样品处理流程、选择适配的基体改进剂、控制实验室环境及气体条件、及时更换老化石墨管等措施,有效降低各因素对测定的干扰,确保测定结果的准确性与稳定性,为土壤环境质量评估与污染治理提供可靠依据。

## 参考文献

- [1]池慧祺.石墨炉原子吸收分光光度法测定土壤中铅的方法验证[J].皮革制作与环保科技,2024,5(4):130-132.
- [2]朱君,黄晶,王晨希.全自动石墨消解石墨炉原子吸收分光光度法测定农田土壤中铅和镉[J].镇江高专学报,2023,36(1):61-64.
- [3]张毅华.石墨炉原子吸收法测定土壤中铈和铍的残留[J].化学工程师,2024(1):27-29.
- [4]张道玉,李家学,盛月红,等.石墨炉原子吸收法测定土壤中铅、镉的方法探讨[J].医学动物防制,2023,39(1):99-102.