

碳酰胺中铅检测方法的分析

彭红*

(辽宁省计量科学研究院, 沈阳 110000)

摘要: 碳酰胺作为一种多用途的有机化合物, 在医学、农业等领域具有广泛的应用。在其应用过程中, 碳酰胺中的铅杂质引起了广泛关注。铅作为一种重金属元素, 对人体和农作物都会造成严重伤害。为了确保人类和环境的安全, 准确可靠地检测碳酰胺中的铅含量至关重要。本文探讨原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法和原子荧光光谱法的优劣势, 为相关领域提供参考。通过对现有检测方法的比较和评估, 本文希望能为碳酰胺行业和相关领域的健康发展提供支持。

关键词: 原子吸收光谱法; 电感耦合等离子体质谱法; 原子荧光光谱法; 碳酰胺

0 引言

碳酰胺作为一种重要的化工原料, 广泛应用于农业、化工、制药等多个领域^[1-3]。然而, 随着工业化进程的加快, 碳酰胺中的铅污染问题日益凸显。铅是一种具有高度毒性的重金属, 其在环境中的积累不仅对生态系统造成严重破坏, 同时也对人类健康构成潜在威胁。长期暴露于铅污染环境中, 可能导致人体神经系统、造血系统以及免疫系统的损伤。因此, 研究碳酰胺中铅含量的检测方法具有重要的现实意义。当前, 准确测定碳酰胺中铅的含量, 不仅有助于控制和减少铅污染, 还可以为相关行业制定安全标准提供科学依据^[4]。此外, 随着国家对环保要求的日益严格, 企业在生产过程中对铅含量的监控也成为合规经营的必要条件^[5-7]。因此, 开发高效、准确的铅检测方法, 不仅满足环保法规的要求, 还有助于企业提高产品的市场竞争力。

本文探讨了不同仪器检测方法的优缺点, 为选择合适的检测技术提供参考。通过探讨研究, 不仅可以促进碳酰胺生产过程的清洁化和绿色化发展, 还能够为相关领域的研究人员和技术人员提供参考, 推动铅污染监测技术的不断进步。

1 铅在碳酰胺中的来源分析

1.1 生产过程中的原料污染

在碳酰胺生产过程中, 原料污染是铅进入产品的一个关键环节^[8]。通常, 碳酰胺的合成需要使用多种化学原料, 而这些原料可能在其生产、运输和储存过程中受到铅

的污染。此外, 矿物原料本身可能含有天然存在的铅杂质, 在矿石提炼和化学加工过程中, 铅杂质有可能未被完全去除, 这为碳酰胺的生产带来了潜在的污染风险^[9]。

1.2 生产设备中的铅迁移

生产设备在碳酰胺生产过程中扮演着至关重要的角色^[10]。然而, 这些设备在使用过程中可能成为铅迁移的潜在来源, 影响产品的纯度和安全性。生产设备中的铅迁移涉及多个因素, 包括设备的材质、使用年限以及维护保养情况。生产设备中的铅迁移是碳酰胺生产中不可忽视的问题^[11-13]。

1.3 储存与运输过程中的污染

碳酰胺在储存和运输过程中可能受到多种污染源的影响, 导致其铅含量增加^[14]。储存容器的材料选择是影响污染的一个关键因素。若容器使用含铅材料, 铅可能逐渐迁移至碳酰胺中。这种迁移现象常与容器的老化、温度变化及相对湿度等环境条件密切相关。尤其是在高温高湿的环境中, 铅的迁移速度可能显著加快。为减少储存和运输过程中的铅污染风险, 选择符合标准的储存容器和包装材料是基础, 定期检测和更换老化的储存设施也必不可少。在运输环节, 应对运输工具进行定期检查和清洁, 确保其未受铅污染。运输过程的监控和记录有助于发现潜在的污染源并及时采取纠正措施。

2 检测方法比较与分析

2.1 原子吸收光谱法

使用原子吸收光谱法(AAS)检测碳酰胺中铅含量时, 样品的前处理是关键步骤^[15]。通常需要对样品进行酸消

* 通信作者: 彭红, 硕士, 高级工程师, 研究方向为检验检测。E-mail: 66064256@qq.com

解, 以确保铅完全释放到溶液中。常用的酸消解介质包括硝酸、盐酸和氢氟酸等。AAS 的一大优势在于其相对简单的操作和较高的选择性。然而, 其检测限和灵敏度在很大程度上依赖于仪器的性能和操作条件。为提高检测的准确性和精确性, 通常需要进行多次测量并使用标准曲线校准。尽管 AAS 在铅检测中应用广泛, 但其也存在一定的局限, 例如可能受到基体效应的干扰以及对多元素同时检测的能力有限。因此, 在实际应用中, 通常需要结合样品基质特性进行选择优化, 并可能结合其他检测方法以补充其不足。

2.2 电感耦合等离子体质谱法

在碳酰胺中铅检测过程中, 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)因其高灵敏度和准确性受到广泛关注^[16]。样品在进入 ICP-MS 之前, 通常需要经过酸消解处理以保证样品完全溶解, 消除基体效应对检测结果的干扰。酸消解通常采用硝酸或王水等强酸, 将样品中的有机碳酰胺基质完全分解, 释放出待测的铅离子。ICP-MS 的主要优势在于其低检测限和宽线性范围。对于铅的检测, ICP-MS 的检测限可低至皮克级(pg/L)水平, 能够检测极其微量的铅污染。同时, ICP-MS 具有较宽的线性范围, 通常能够覆盖从痕量到高浓度的铅含量, 适用于不同污染水平的样品分析。在实际应用中, ICP-MS 的定量分析通常采用标准曲线法。通过配制一系列已知浓度的铅标准溶液, 测定其响应信号, 绘制标准曲线。待测样品经过相同的前处理和检测过程, 依据样品信号在标准曲线上的位置, 计算出样品中铅的浓度。ICP-MS 在碳酰胺中铅检测中的具体应用案例表明, 其能够有效区分样品中的铅含量, 并且具有良好的重复性和准确度。

尽管 ICP-MS 具有诸多优点, 但在实际操作中仍需注意一些问题。首先是样品前处理中的酸消解步骤, 必须确保样品完全溶解, 否则会影响离子化效率和检测结果。其次, 在检测过程中需定期校准仪器, 消除仪器漂移和背景噪声对结果的影响。此外, 还需考虑样品基体效应, 可能会对铅离子的检测造成干扰, 通过加入基体匹配溶液或使用内标法可以有效校正这些干扰。综上所述, ICP-MS 作为一种高灵敏度和高精度的分析技术, 适用于碳酰胺中铅的检测, 能够为环境监测和污染控制提供可靠的数据支持。

2.3 原子荧光光谱法

原子荧光光谱法(AFS)在检测铅时具有多项优势^[17]。首先, AFS 的检测灵敏度高, 能够检测到极低浓度的铅, 这对于环境样品中铅的痕量检测尤其重要。此外, 该方法的选择性强, 能够有效区分铅与其他元素的干扰, 提高检

测的准确性。AFS 还具有较宽的线性范围, 使其适用于不同浓度范围的样品分析。在实际应用中, AFS 常用于环境样品、水样和食品中的铅检测。通过优化仪器参数, 如调节灯电流、观察高度和载气流速, 可以显著提高铅的检测性能。例如, 通过调节原子化器温度和气体流速, 可以获得最佳的原子化条件, 从而提高灵敏度和信噪比。在检测碳酰胺中的铅时, 样品通常需要经过适当的前处理, 如酸消解, 以去除基质干扰并释放出铅元素。与其他检测方法相比, AFS 的操作相对简便, 分析速度快, 适合大批量样品的快速检测。然而, AFS 也存在一定的局限性, 例如对操作环境的要求较高, 容易受到背景信号的影响。因此, 在使用 AFS 进行铅检测时, 需要严格控制实验条件, 确保结果的精确性。

综合来看, 原子荧光光谱法在碳酰胺中铅的检测中表现出色, 能够满足高灵敏度和高选择性的要求, 为环境监测、食品安全等领域的铅污染研究提供了重要的技术支持。

3 实验设计与方法验证

3.1 样品前处理

首先, 样品的溶解是前处理的重要环节。通常采用酸消解法对碳酰胺样品进行溶解。选择适宜的酸组合, 以确保完全溶解样品, 并避免铅的沉淀或挥发损失。适当的温度控制和消解时间是确保完全溶解的关键, 通常在密闭的微波消解系统中进行, 可以有效提高消解效率, 减少样品处理时间^[18]。

3.2 仪器校准

在使用 AAS、ICP-MS 和 AFS 进行铅检测之前, 首先需要准备一系列已知浓度的标准溶液。这些标准溶液的浓度应覆盖样品中预期的铅浓度范围。通常选用国家标准物质作为标定溶液以确保标准的可靠性和可溯源性。校准过程中, 将标准溶液逐一引入仪器, 记录每个溶液的响应信号。根据这些数据, 绘制标准曲线。标准曲线是响应信号对标准溶液浓度的图示, 通常呈现出线性关系。通过线性回归分析, 计算出标准曲线的斜率和截距。标准曲线的线性度是评估仪器校准质量的重要指标之一, 通常要求相关系数达到 0.995 以上。在校准过程中, 还应注意消除背景干扰和基体效应。特别是在 ICP-MS 中, 常使用内标法来校正基体效应和仪器漂移。校准完成后, 应进行校准验证。通过测量已知浓度的质量控制样品, 验证校准曲线的准确性。检测结果应在允许的误差范围内, 否则需要重新校准或检查仪器的状态。定期的校准和维护是确保仪器长期稳定运行的有效措施。通过严谨的仪器校准, 确保检测方法的可靠性和结果的准确性, 从而为碳酰胺中铅含量的

科学评估提供坚实的基础。

3.3 方法验证：检测限、线性范围与准确度

在方法验证中，检测限、线性范围与准确度是评价铅检测方法的重要指标^[19-20]。检测限是指方法能够可靠检测的最低铅浓度。通常通过逐渐稀释已知浓度的标准溶液，直到信号强度等于三倍的背景噪音为止。对于AAS、ICP-MS和AFS，其检测限分别为0.1、0.01、0.05 μg/L，体现了ICP-MS在微量检测中的敏感性。

线性范围则是指方法在一定浓度范围内，检测信号与铅浓度之间保持线性关系的浓度区间。此范围对于确保定量分析的准确性至关重要。AAS通常适用于0.1 μg/L~10 mg/L的线性范围，ICP-MS则可以扩展至0.01 μg/L~100 mg/L，而AFS适用的范围为0.05 μg/L~50 mg/L。这些数据表明ICP-MS不仅在低浓度检测上具有优越的灵敏度，同时具备广泛的线性范围。

准确度是指测量值与真实值的接近程度，通过对已知浓度的标准样品进行检测来评估。采用这些方法检测标准样品时，结果均显示出良好的准确度，偏差通常在±5%以内。这些方法的准确度验证通常需要进行多次重复测量，以确保结果的可靠性。实际应用中，ICP-MS由于其高灵敏度和广泛的线性范围，常被认为是检测铅的最佳选择，而AAS和AFS则在特定条件下具有优势。

这些验证结果表明，选择适合的检测方法不仅取决于其检测限、线性范围与准确度，还需考虑实际应用中的具体需求和设备条件。综合评估这些参数，有助于在碳酰胺中实现对铅的高效检测。

4 总 结

通过对上述三种检测方法的分析比较，本文得出每种方法的分析检验特点。在实际应用中应根据实验室的条件和检测需求，选择最合适的用于检测碳酰胺中的铅方法。今后应需提高检测灵敏度、减少检测成本以及开发更环保的检测技术，确保检测结果的准确性和可靠性。

参考文献

- [1] 胡春余, 沈海兵, 杨宏亮, 等. 碳酰胺辅助蒸汽吞吐的效率及参数优化[J]. 当代化工, 2024, (12): 2802-2807.
- [2] 陈嘉豪, 史炳锋. *O*-烯丙基胺: 一种用于不对称碳酰胺化构建轴手性和中心手性氨基醇的双官能烯烃[J]. 有机化学, 2023, 43(6): 2252-2253.
- [3] 林新文, 唐闪光, 武欣倩, 等. 高效液相色谱法测定过氧化碳酰胺中枸橼酸含量[J]. 中国药业, 2022, 31: (18), 76-78.
- [4] 林新文, 唐闪光, 朱光冕, 等. 过氧化碳酰胺合成工艺的

- 优化[J]. 中南药学, 2022, 20(8): 1844-1849.
- [5] 熊威, 石斌, 姜烜, 等. 配体调控钯催化乙烯基环状碳酰胺和异氰酸酯的差异性转化[J]. 有机化学, 2022, 29(4): 107-113.
- [6] 赵长虹, 王丽, 王攀, 等. 碳酰胺辅助SAGD提高超稠油Ⅲ类油藏采收率技术[J]. 特种油气藏, 2022, (4): 107-113.
- [7] 陈莹, 刘琼, 田春青, 等. 生物肥与碳酰胺配施对大樱桃根际土壤微环境及单果重的影响[J]. 湖南林业科技, 2022, 49(3): 46-51.
- [8] 刘会争, 张臻悦, 池汝安, 等. 碳酰胺助浸风化壳淋积型稀土矿工艺研究[J]. 有色金属, 2022, (4): 85-91.
- [9] 赵海燕, 易勇刚, 于会永, 等. 碳酰胺复合驱吞吐并缓蚀剂优选评价[J]. 西南石油大学学报, 2021, 43(4): 138-146.
- [10] 丁文凯, 黄子熙, 钟文瀚, 等. 自动制冷恒温冰袋的研制[J]. 现代商贸工业, 2020, 41(26): 156-160.
- [11] 张楠茜, 吕经纬, 金平, 等. *N*-苄基十六碳酰胺促小鼠Leydig细胞增殖和分泌睾酮的¹HNMR代谢组学研究[J]. 高等学校化学学报, 2019, 40(9): 1832-1839.
- [12] 陈磊, 张杰, 朱小姣, 等. 基于碳酰胺键的二维共价有机框架的构建及催化应用[C]//中国化学会第十届全国无机化学学术会议论文集, 2019.
- [13] 孙永军, 邵长清, 鞠文明, 等. 过碳酰胺和四羟甲基硫酸磷对刺参养殖底质的改良作用[J]. 河北渔业, 2019, (7): 6-9+13.
- [14] 韦惠霞. 硫酸镁配合过氧化碳酰胺治疗胎儿宫内窘迫的疗效[J]. 中外女性健康研究, 2018, (16): 62-63.
- [15] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 原子吸收光谱分析法通则: GB/T 15337—2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [16] 中华人民共和国教育部. 电感耦合等离子体质谱分析方法通则: JY/T 0568—2020 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.
- [17] 中华人民共和国教育部. 原子荧光光谱分析方法通则: JY/T 0566—2020 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.
- [18] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 无机化工产品杂质元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES): GB/T 30902—2014 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
- [19] 中华人民共和国国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 化学分析实验室结果有效性监控指南: GB/T 27426—2022 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
- [20] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求: GB/T 32465—2015 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.