

石墨炉原子吸收光谱法测定土壤铝的条件优化

刘 星¹, 尤江峰¹, 谢忠雷^{1,2}, 丁 岩¹, 蔡 靖², 杨振明^{1*}

(1. 吉林大学农学部土壤-植物分子遗传学实验室, 吉林大学植物科学学院, 长春 130062; 2. 吉林大学环境与资源学院, 长春 130012)

摘 要: 酸性土壤中的活性 Al 是影响作物生长发育的主要因子之一, 土壤 Al 的测定一直是人们关注的问题。石墨炉原子吸收光谱法测土壤 Al 所需的样品量少、灵敏度高、离子干扰小, 目前在国内外应用较为广泛。由于其测试条件多是应用单因素轮换法来确定, 存在实验量大且未考虑交互作用的影响等缺点。采用双因素重复实验及正交实验可显著降低确定最佳测试条件的工作量, 且实验条件代表性强, 对于准确快捷测定土壤 Al 具有重要意义。通过双因素(波长和灯电流)重复试验对石墨炉原子吸收光谱仪测定土壤 Al 的波长和灯电流进行了优化选择, 确定最佳波长为 309.3 nm, 最佳灯电流为 14 mA; 应用 $L_{25}(5^6)$ 正交试验法对控温程序及基体改进剂、基体酸度条件进行了优化, 得出最佳的灰化温度为 1 400 ℃、灰化时间为 10 s, 原子化温度为 2 300 ℃、原子化时间为 5 s, 最佳基体改进剂为 0.1% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 、最佳基体酸度为 0.2% 硝酸。优化后的方法检出限为 $1.14 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 加标回收率达到 93.6%~104.1%, 相对偏差均小于 8%。

关键词: 石墨炉原子吸收光谱法; 双因素; 正交法; 土壤铝

中图分类号: X830.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1672-2043(2011)02-0404-05

Optimizing the Conditions for Soil Aluminum Determination with Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

LIU Xing¹, YOU Jiang-feng¹, XIE Zhong-lei^{1,2}, DING Yan¹, CAI Jing², YANG Zhen-ming^{1*}

(1. Laboratory of Soil and Plant Molecular Genetics, College of Plant Science, Jilin University, Changchun 130062, China; 2. College of Environment and Resource, Jilin University, Changchun, 130012, China)

Abstract: The active Al is one of the main factors that suppressing the growth of plant in acid soil, while the determination of soil Al is concerned by many researchers. It is widely used to determination of soil Al with graphite furnace atomic absorption spectrometry, because of its advantages of requiring less sample content, having higher sensitivity and efficiency and avoiding much more ions interference. The determination conditions for the soil Al using graphite furnace atomic absorption spectrometry, is generally carried out by the single factor rotation method with many disadvantages of taking much more work and without taking the impact of interaction of factors into account. In this paper, both double-factor experiment and orthogonal test, with the significant meaningful for determining Al quickly and accurately because of the deduction of workload and the representative for the test conditions, were all applied to the aluminum determination and resulted in the optimum wavelength of aluminum 309.3 nm and the lamp current 14 mA, and the optimum conditions were also obtained by the application of $L_{25}(5^6)$ orthogonal test, as follows: the ashing temperature of 1 400 ℃, the ashing holding time of 10 s, the atomization temperature of 2 300 ℃, the atomization holding time of 5 s, the best matrix modifier of $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (0.1%), and the best matrix acid of 0.2% nitric acid. Moreover, the detection limit was $1.14 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, the recoveries was within the range of 93.6%~104.1% and the relative deviation was less than 8% under the above optimum condition of determination. The determination of soil Al under the optimum condition would not only reduce significantly the workload but also get the better accuracy and precision. Furthermore the research result provides probably a new idea for obtaining the optimum determination conditions for other metal elements determination with graphite furnace atomic absorption spectrometry.

Keywords: graphite furnace atomic absorption spectrometry; double-factor; orthogonal test; soil aluminum

收稿日期: 2010-07-27

基金项目: 国家自然科学基金青年科学基金项目(40903029); 吉林大学“211 工程”三期建设项目

作者简介: 刘 星(1985—), 男, 湖北孝感人, 硕士研究生, 主要从事土壤铝形态分级方面的研究工作。

* 通讯作者: 杨振明 E-mail: zmyang@jlu.edu.cn

铝(Al)是地壳中最丰富的金属元素,约占地壳总质量的7%。一般条件下,土壤中的Al大部分以固定形态存在。当土壤酸化时,产生的活性Al将对环境产生影响^[1-2]。酸性土壤中的活性Al是影响作物生长发育的主要因子之一,因此,酸性土壤Al的毒害作用愈来愈受到诸多学者的关注^[3]。而在该研究领域中,土壤Al的测定一直是人们关注的问题。土壤Al的测定一般有原子吸收光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、荧光分光光度法、紫外可见分光光度法、中子活化法、电位滴定法等方法^[3]。由于技术条件及运转费用等因素,电感耦合等离子体原子发射光谱法和中子活化法等方法难以推广。而电位滴定法、紫外可见分光光度法等方法存在着操作步骤繁琐、离子干扰强、测定的灵敏度低等缺点,其应用也受到一定限制。石墨炉原子吸收光谱法测定土壤Al所需的样品量少、灵敏度高、操作简便,被大多数研究者所采用^[5-8]。但由于其测试条件多是应用单因素轮换法(即确定某一因素的水平,变化其他因素水平)来确定的^[9-11],该法存在实验量大且未考虑交互作用的影响等缺点,而双因素及正交实验具有降低实验工作量且实验条件代表性强等优点。因此,本文采用双因素及正交实验,对石墨炉原子吸收光谱法测定土壤Al的条件进行优化,确定石墨炉测定土壤Al的最佳实验条件,为土壤Al的形态转化及植物毒性研究提供测试技术支撑,同时该研究方法为石墨炉原子吸收光谱法测定其他金属元素最佳条件的确定提供了新思路。

1 材料与方法

1.1 仪器及工作条件

原子吸收分光光度计(美国PE公司,AA700),空心阴极灯(美国PE公司),自动进样器,石墨管(美国PE公司)。原子吸收光谱仪检测信号模式为峰面积,氘灯扣背景,保护气为高纯氩气(99.99%),进样量20 μL 。

1.2 主要试剂

Al标准储备液($1\,000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$,Alfer Aesar公司),硝酸(优级),硝酸镁(99.99%),氩气(99.99%),重铬酸钾(优级),磷酸二氢铵(优级),抗坏血酸(优级)。实验用水均为超纯水。

1.3 最佳实验条件的确定

采用双因素(波长和灯电流)重复实验设计确定最佳波长和灯电流,应用 $L_{25}(5^4)$ 正交实验法确定最佳控温程序、基体改进剂及溶剂酸度。

1.4 土壤样品溶液的制备

平行称取6份过20目筛的土壤(土壤类型为白浆型土壤,采自吉林省长白县)样品0.5000 g,分别加入50.0 mL的 $0.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$,振荡16 h,往悬浊液加3滴0.2%的凝聚剂(聚丙烯酰胺),以 $2\,500\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 离心15 min,过滤得到土壤浸提液^[4]。将该浸液稀释2 000倍得到的土壤测试溶液,分别编号为1、2、3、4、5、6。

1.5 数据统计分析方法

数据统计分析均采用SPSS13.0统计软件分析。

2 结果与讨论

2.1 测量波长和灯电流的选择

石墨炉原子吸收光谱法测定Al的波长和灯电流,有关文献报道不一,波长分别有396.2、309.3、308.2 nm和257.4 nm等,灯电流分别有7.0、7.5、9 mA和15 mA等^[5-8]。本实验通过双因素重复实验,分别测定不同波长396.2、309.3、308.2、257.4 nm及不同灯电流7、14、25 mA(仪器默认灯电流)条件下 $20.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的Al标准溶液的吸光度,进行方差分析来选取最佳的波长和灯电流,狭缝宽度采取仪器默认值0.7 nm,原子化温度、灰化温度、保持时间均采用仪器默认值。测定结果如表1所示。

通过SPSS13.0方差分析可知,不同波长和灯电流间的差异以及二者的交互作用都达到了极显著水平,由表1得出试验最佳的波长为309.3 nm,最佳灯电流为14 mA。当波长为257.4 nm和308.2 nm时仪

表1 不同波长和灯电流条件下 $20.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 铝标准溶液的吸光度

Table 1 The absorbance of $20.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ aluminum standard solution in the different wavelength and lamp current conditions

a 因素 (波长/nm)	b 因素 (灯电/mA)	重复 I	重复 II	重复 III	均值	Sd
a1(308.2)	b1(7)	0.061	0.068	0.050	0.060a	0.009
	b2(14)	0.075	0.082	0.079	0.079b	0.004
	b3(25)	0.123	0.129	0.126	0.126c	0.003
a2(309.3)	b1(7)	0.158	0.154	0.155	0.156a	0.002
	b2(14)	0.171	0.174	0.175	0.173c	0.002
	b3(25)	0.168	0.164	0.165	0.166b	0.002
a3(396.2)	b1(7)	0.080	0.084	0.085	0.083a	0.003
	b2(14)	0.139	0.141	0.143	0.141c	0.002
	b3(25)	0.134	0.136	0.135	0.135b	0.001
a4(257.4)	b1(7)	0.015	0.009	0.002	0.009a	0.007
	b2(14)	0.020	0.016	0.025	0.020b	0.005
	b3(25)	0.025	0.022	0.029	0.025c	0.004

注:不同小写字母表示处理间差异显著($P<0.05$)。

器检测出的信号较弱,重现性较差;当波长为 396.2 nm 时仪器信号不稳定,峰形比波长在 309.3 nm 时差。当波长在 309.3 nm 和 396.2 nm 时,灯电流在 7 mA 和 25 mA 时吸光度均比灯电流在 14 mA 时低。因此,应注意在石墨炉原子吸收光谱法测定土壤铝时,灯电流不宜过大也不宜太小。

2.2 正交试验对石墨炉升温程序、基体改进剂、溶剂酸度的条件优化

石墨炉升温的控制对于土壤 Al 的测定非常重要。表 2 是石墨炉温控程序。由表 2 可见,干燥和净化时间及载气流量较易确定,石墨炉的干燥温度应接近溶剂的沸点,为观察样品是否被蒸干,在第一步干燥开始 10 s 后,通过查看进样口上方的牙镜子上是否有蒸汽均匀冷凝,如果在第二步干燥结束前 5~10 s 无冷凝的蒸汽,则说明样品已完全被蒸干。

表 2 石墨炉控温程序

Table 2 The temperature controlling procedure of the graphite furnace

原子化步骤	温度/℃	升温时间/s	保持时间/s	载气流量/mL·min ⁻¹
干燥 1	100	5	15	250
干燥 2	140	10	15	250
灰化	B	10	C	250
原子化	D	0	E	0
净化	2 700	1	5	250

注:表中字母 B、C、D、E 分别代表各因素下的不同水平。

石墨炉的灰化温度、灰化时间、原子化温度、原子化时间对测定灵敏度影响较大且不易确定;选择合适的基体改进剂对减少干扰、提高测定的灵敏度和稳定性有重要影响;基体一般选择硝酸,不推荐使用盐酸,因其干扰强且氯化物易挥发^[8]。经过正交试验选择有代表性的组合安排实验,可以方便快捷确定最优组合。本文选择 6 个因素、5 个水平(参见表 3)^[5-7,9-12]进行 L₂₅(5⁶)正交实验^[13],以峰面积代表其吸光值,基体改进剂体积 5 μL,对 20.0 μg·L⁻¹ 的 Al 标准溶液进行测定,选择出最佳实验条件,结果见表 4。

将表 4 各实验结果进行比较发现,18 号处理 A₄B₃C₁D₄E₂F₅ 的吸光值最高(0.265),25 号处理 A₅B₃C₄D₃E₂F₁ 的吸光值最低(0.035),进一步对各个因素不同水平吸光度均值 K₁、K₂、K₃、K₄、K₅ 分析得出,因素 A、B、C、D、E、F 最佳水平分别为 4、3、1、2、3、4。通过极差分析法对极差 R 分析,综合比较得出不同因素对实验结果影响的主次程度依次为:B、A、E、F、D、C。即通过直观分析法得出最佳试验条件为 A₄B₃C₁D₂E₃F₄。

正交实验设计的极差分析简便易行,计算量小,也比较直观,但极差分析精度较差,判断不同因素的作用时缺乏一个定量的标准,这些问题可以采用方差分析加以解决。对表 4 进行方差分析的结果见表 5。由于灰化时间(C 因素)的 F 值很小,故可将其作为空闲因子列,以增加实验误差的自由度,减少实验误差,从而提高测定的灵敏度。

通过表 5 中方差分析结果可以看出,灰化温度(B 因素)呈极显著水平,对实验结果影响最大,这与极差分析结果一致。基体改进剂(A 因素)差异显著,灰化时间(C 因素)、原子化温度(D 因素)、原子化时间(E 因素)、基体酸度(F 因素)差异均不显著。溶剂的酸度对石墨管的寿命影响很大,高浓度的硝酸能够渗入石墨管内,当升温时即会破坏石墨晶体,使石墨管的表面疏松进而影响石墨管的寿命,因此尽量采用低浓度的酸。又由于基体酸度(F 因素)差异不显著,故将推荐的基体酸浓度修正为 1 水平即 0.2%的硝酸。加入基体改进剂可以减少干扰,使吸收峰更稳定,重现性好,同时可以降低原子化温度^[9],延长石墨管寿命。灰化时间(C 因素)对吸收峰的影响较小。故得出最优方案组合为 A₄B₃C₁D₂E₃F₁,并用该组合分别进行如下实验。

2.3 方法的准确度、精密度和检出限

分别取不同浓度的 Al 标准溶液加至 6 份平行的土壤溶液中重复测定 3 次,计算均值,结果见表 6。由表 6 可见,加标回收率在 93.6%~104.1%之间,相对标

表 3 不同因素及水平

Table 3 The different factors and relevant reference levels

因素	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
A:基体改进剂	水	MgNO ₃ (0.1%)	K ₂ Cr ₂ O ₇ (0.02%)	NH ₄ H ₂ PO ₄ (0.1%)	抗坏血酸(2%)
B:灰化温度/℃	1 000	1 200	1 400	1 600	1 800
C:灰化温度保持时间/s	10	15	20	25	30
D:原子化温度/℃	2 200	2 300	2 400	2 500	2 600
E:原子化温度保持时间/s	1	3	5	7	9
F:基体酸度	0.2%硝酸	0.5%硝酸	1%硝酸	3%硝酸	5%硝酸

表 4 $L_{25}(5^6)$ 正交试验方案及测定结果
Table 4 The $L_{25}(5^6)$ orthogonal scheme and determination results

处理号	A	B	C	D	E	F	X1	X2	X3	均值(Abs)	Sd	RSD%
1	1	1	1	1	1	1	0.06	0.091	0.086	0.079	0.016 7	9.21
2	1	2	2	2	2	2	0.197	0.216	0.186	0.175	0.015 2	7.58
3	1	3	3	3	3	3	0.166	0.166	0.167	0.176	0.000 4	0.22
4	1	4	4	4	4	4	0.182	0.170	0.158	0.170	0.012 1	7.12
5	1	5	5	5	5	5	0.109	0.101	0.095	0.102	0.006 9	6.76
6	2	1	2	3	4	5	0.229	0.213	0.224	0.222	0.008 3	3.76
7	2	2	3	4	5	1	0.188	0.187	0.186	0.187	0.001 3	0.70
8	2	3	4	5	1	2	0.158	0.188	0.184	0.177	0.016 1	9.13
9	2	4	5	1	2	3	0.181	0.184	0.184	0.183	0.001 6	0.87
10	2	5	1	2	3	4	0.191	0.204	0.215	0.203	0.012 1	5.97
11	3	1	3	5	2	4	0.222	0.204	0.236	0.221	0.015 7	7.13
12	3	2	4	1	3	5	0.210	0.206	0.201	0.206	0.004 2	2.04
13	3	3	5	2	4	1	0.167	0.170	0.168	0.188	0.001 5	0.91
14	3	4	1	3	5	2	0.116	0.156	0.154	0.142	0.022 6	9.92
15	3	5	2	4	1	3	0.048	0.046	0.045	0.047	0.001 7	3.65
16	4	1	4	2	5	3	0.238	0.238	0.246	0.241	0.004 5	1.85
17	4	2	5	3	1	4	0.218	0.223	0.223	0.221	0.003 1	1.40
18	4	3	1	4	2	5	0.270	0.264	0.261	0.265	0.004 9	1.84
19	4	4	2	5	3	1	0.221	0.225	0.220	0.222	0.002 5	1.14
20	4	5	3	1	4	2	0.073	0.064	0.068	0.068	0.004 7	6.89
21	5	1	5	4	3	2	0.187	0.183	0.186	0.186	0.001 8	0.95
22	5	2	1	5	4	3	0.204	0.216	0.204	0.208	0.006 9	3.32
23	5	3	2	1	5	4	0.203	0.196	0.193	0.197	0.005 3	2.71
24	5	4	3	2	1	5	0.124	0.127	0.129	0.127	0.002 6	2.02
25	5	5	4	3	2	1	0.028	0.033	0.044	0.035	0.008 2	4.41
K1	0.140	0.190	0.179	0.147	0.130	0.142						
K2	0.194	0.199	0.173	0.187	0.176	0.150						
K3	0.161	0.201	0.156	0.159	0.199	0.171						
K4	0.203	0.169	0.166	0.171	0.171	0.202						
K5	0.151	0.091	0.176	0.186	0.174	0.184						
极差 R	0.063	0.110	0.024	0.040	0.068	0.060						
调整 R'	0.056	0.098	0.021	0.036	0.061	0.054						

表 5 $L_{25}(5^6)$ 正交实验的方差分析
Table 5 The variene analysis of the $L_{25}(5^6)$ orthogonal test

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A 基体改进剂	0.014 9	4	0.003 7	7.002 4	0.042 9*
B 灰化温度	0.042 2	4	0.010 6	19.836 2	0.006 7**
C 灰化时间	0.002 1	4	0.000 5		
D 原子化温度	0.006 4	4	0.001 6	3.015 4	0.155 2
E 原子化时间	0.012 2	4	0.003	5.719 3	0.059 9
F 基体酸度	0.012 6	4	0.003 1	5.900 8	0.056 9
误差	0.002 1	4	0.000 5		
总和	0.090 4				

准偏差在 0.86%~6.3%之间。将 6 份土壤溶液重复测定 6 次,计算标准偏差和相对标准偏差,分析结果见

表 7。由表 7 可见,相对标准偏差均小于 8%,说明方法有良好的精密度。将 Al 含量为 $80.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的标准液用仪器自动稀释成 0、20、40、60、80 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 系列浓度,随机制作 3 条标准曲线,其相关系数分别为 0.999 2、0.999 8、0.999 5。根据 IUPAC 检出限规定,重复测量 10 次空白试剂,所得标准偏差 Sb 为 0.004 9,工作曲线斜率 S 为 0.012 91,当 $K=3$ 时,方法的检出限为 $KSb/S=1.14\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

2.4 共存离子的干扰

参照土壤样品溶液中其他金属离子的浓度,向 $40.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ Al 标液中同时加入 Ca ($10.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)、Mg ($10.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)、K ($10.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)、Na ($10.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)、Fe ($30.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)、Mn($10.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)、Cu($10.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)进行干扰离子的干扰实验。未加入干扰离子前测定结果为

表 6 方法准确度

Table 6 The accuracy for the determination method					
土壤样品	本底值/ μg·L ⁻¹	加标浓度/ μg·L ⁻¹	测定均值 n=3/ μg·L ⁻¹	相对标准偏差 RSD/%	回收率/%
1	22.03	10	31.89	2.31	99.6
2	25.83	20	45.12	4.30	98.5
3	25.93	30	56.47	0.86	101.0
4	19.49	10	30.70	5.70	104.1
5	18.29	20	37.86	1.45	98.9
6	20.62	30	47.38	6.30	93.6

表 7 方法精密度

Table 7 The precision of the determination method			
土壤样品	测定结果平均值 (n=6)/μg·L ⁻¹	标准偏差/%	相对标准偏差/%
1	22.03	0.25	2.30
2	25.83	0.48	4.13
3	25.93	0.24	2.10
4	19.49	0.39	3.08
5	18.29	0.96	7.13
6	20.62	0.89	6.08

39.77 μg·L⁻¹, 加入干扰离子后测定 6 次结果的平均值为 41.36 μg·L⁻¹, 相对偏差为 1.65%, 相对误差为 3.73%。实验的相对偏差及相对误差均小于 5%, 表明在本实验条件下其他离子共存不干扰土壤样品溶液中 Al 的测定。

3 结论

(1)石墨炉原子吸收光谱法测定 Al 的波长及空心阴极灯电流对信号影响较大,通过双因素重复实验测定结果方差分析得出最佳波长 309.3 nm,灯电流 14 mA。

(2)通过正交实验得出最佳灰化温度为 1 400 ℃、灰化时间为 10 s,原子化温度为 2 300 ℃、原子化时间为 5 s,最佳的基体改进剂为 0.1%磷酸二氢铵,基体最佳酸度为 0.2%硝酸。

(3)在最佳仪器测定条件下方法的加标回收率在 93.6%~104.1%之间,相对标准偏差在 0.86%~6.3%之间,检测限为 1.14 μg·L⁻¹。

参考文献:

[1] Ma J F, Ryan P R, Delhaize E. Aluminum tolerance in plants and the complexing role of organic acids[J]. *Trends Plant Sci*, 2001, 6(6):273-278.

[2] Clarkson D T, et al. The effect of aluminum and some other trivalent metal cations on cell division in the root apices of *Allium cepa*[J]. *Annu Rev Plant Physiol*, 1980, 31:239-298.

[3] 沈仁芳. 铝在土壤-植物中的行为及植物的适应机制[M]. 北京:科学出版社, 2008.

SHEN Ren-fang. Behavior of aluminum in the system of soil/plant and adaptation mechanism of plant to aluminum[M]. Beijing:Science Press, 2008.

[4] Borggaard O K. Organic matter and silicon in relation to the crystallinity of soil iron oxides[J]. *Acta Agr Scand*, 1985, 35:398-406.

[5] 蔡 刚, 陈人强, 李书龙, 等. 石墨炉原子吸收测定水中铝的方法探讨[J]. 中国热带医学, 2007, 7(1):93-94.

CAI Gang, CHEN Ren-qiang, LI Shu-long, et al. Determination of aluminum from water with graphite furnace atomic absorption spectrometric method[J]. *China Tropical Medicine*, 2007, 7(1):93-94.

[6] 张 琪. 石墨炉原子吸收法直接测定生活饮用水及其水源中铝[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(7):1293-1295.

ZHANG Qi. Determination of aluminium in drinking water and source water by graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2008, 18(7):1293-1295.

[7] 田佩瑶, 吕 静, 魏建荣. 石墨炉原子吸收法直接测定水中铝[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(2):192-193.

TIAN Pei-yao, LV Jing, WEI Jian-rong. Determination of aluminum in water with graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2005, 15(2):192-193.

[8] 邵春娇, 邢 文. 石墨炉原子吸收光谱法测定面制食品中铝[J]. 光谱实验室, 2008, 25(3):428-430.

TAI Chun -jiao, XING Wen. Determination of aluminum in cooked wheaten food by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, 2008, 25(3):428-430.

[9] 戴莲金, 肖毓铨, 黄 建. 抗坏血酸作基体改进剂石墨炉原子吸收光谱法测水中铷[J]. 理化检验化学分册, 1994, 30(1):15-17.

DAI Lian-jin, XIAO Yu-guan, HUANG Jian. GFAAS determination of rubidium in water by using ascorbic acid as matrix modifier[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis Part b Chemical Analgsis*, 1994, 30(1):15-17.

[10] 吴抒怀, 蔡怡腾. 抗坏血酸基体改进剂平台石墨炉原子吸收光谱法测定蚝油中的铅[J]. 光谱实验室, 1996, 13(6):56-61.

WU Shu-huai, CAI Yi-juan. Ascorbic acid modifier for determination of Pb in oyster sauce with platform furnace AAS[J]. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, 1996, 13(6):56-61.

[11] 廖列文, 邱 春, 陈 涛. 消除原子吸收光谱分析中干扰效应的正交多项式回归设计[J]. 分析测试学报, 2001, 20(3):31-34.

LIAO Lie-wen, QIU Chun, CHEN Tao. Orthogonal polynomial regression design for interference elimination in atomic absorption spectrometry[J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2001, 20(3):31-34.

[12] 宋 钰, 范文嘉. 正交试验设计对石墨炉法测定化妆品中铬实验条件的优化研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(3):405-406.

SONG Yu, FAN Wen-jia. Application of orthogonal experiment design in optimizing determination condition of chromium in cosmetics by GFAAS[J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2008, 18(3):405-406.

[13] 盖钧镒. 试验统计方法[M]. 北京:中国农业出版社, 2000.

GAI Jun-yi. Test statistical methods [M]. Beijing:Chinese Agricultural Press, 2000.