A brief discussion on the detection of soil heavy metals by X-ray fluorescence spectrometry with wavelength dispersion

Jun Ma Yanfeng Shi Zhilin Li Chuntao Yang

Ecological environment monitoring station, Yuxi, Yunnan, 653100, China

Abstract

As a non-destructive and efficient elemental analysis technique, wavelength-dispersive X-ray fluorescence (WDS) spectroscopy is widely used for heavy metal detection in soil. This method identifies and quantifies elements through characteristic X-ray wavelength differences, offering advantages such as rapid detection, simultaneous multi-element analysis, and simple sample processing, making it particularly suitable for trace metal analysis in environmental samples. The second-generation S8 TIGER X-ray fluorescence spectrometer, as a representative instrument, demonstrates significant improvements in stability, sensitivity, and automation, enabling precise detection of multiple heavy metals including Pb, Cu, Cr, Ni, and As. Field applications reveal the device's high detection efficiency and excellent reproducibility, providing reliable technical support for soil pollution assessment. This article analyzes the technical features and soil heavy metal detection applications of the S8 TIGER X-ray fluorescence spectrometer, exploring its value and development prospects in environmental monitoring.

Keywords

wavelength dispersion; X-ray fluorescence spectroscopy; soil heavy metals; S8 TIGER; environmental monitoring

浅谈波长色散 X 荧光光谱法土壤重金属检测

马俊 施艳峰 李志林 杨春涛

云南省生态环境厅驻玉溪市生态环境监测站,中国·云南玉溪 653100

摘要

波长色散X荧光光谱法作为一种无损、高效的元素分析技术,广泛应用于土壤中重金属元素的检测分析中。该方法利用特征X射线的波长差异进行元素识别与定量,具备快速、多元素同步检测、样品处理简便等优点,特别适用于环境样品中痕量金属的分析。第二代S8 TIGER X射线荧光光谱仪作为代表性仪器,在稳定性、灵敏度和自动化程度方面均有显著提升,可实现对多种重金属元素如Pb、Cu、Cr、Ni、As等的精准检测。其在实际土壤检测中的表现表明,该设备具有较高的检测效率和良好的重复性,为土壤污染评估提供了可靠的技术支撑。文章将围绕S8 TIGER X射线荧光光谱仪的技术特点与土壤重金属检测应用展开分析,探讨其在环境监测中的应用价值与发展前景。

关键词

波长色散; X射线荧光光谱; 土壤重金属; S8 TIGER; 环境监测

1引言

土壤中重金属污染已成为全球性环境问题之一,对生态系统安全与人类健康构成长期威胁。如何实现对重金属元素的快速、准确、无损检测,已成为环境监测领域的重要研究课题。在众多分析方法中,波长色散 X 射线荧光光谱法因其无需化学试剂、分析速度快、适用于多种样品形态等优点而受到广泛关注。尤其是随着仪器精度和自动化水平的提升,该方法在土壤污染调查与重金属风险评估中显示出独特的技术优势。第二代 S8 TIGER X 射线荧光光谱仪作为高性能波长色散仪器代表,在数据处理能力、信号分辨率及多元

【作者简介】马俊(1984-),男,中国云南玉溪人,本科,工程师,从事环境监测研究。

素检测能力方面表现优异,为土壤中多种重金属元素的同步 检测提供了技术支持,提升了检测的科学性与实用性。

2 波长色散 X 荧光光谱法概述

波长色散 X 荧光光谱法是一种基于元素对 X 射线的特征吸收和辐射的分析技术。当物质受到高能 X 射线照射时,内层电子被激发并从原子中逸出,造成原子内电子层的空位,外层电子将填补这些空位,从而释放出具有特征波长的 X 射线。不同元素的 X 射线特征波长不同,因此能够通过测量这些波长来确定样品中元素的种类和浓度。波长色散 X 荧光光谱仪主要由 X 射线源、样品室、分光系统、探测器及计算机控制系统等组成。 X 射线源通常采用钼靶或铜靶,能够产生高能 X 射线,照射到样品上。样品室一般为一个密封的环境,能够防止 X 射线泄漏并确保实验的安全性。

分光系统通过单色器将 X 射线按波长分离,并将不同波长的 X 射线引导至探测器。探测器的工作原理是根据 X 射线的能量和波长变化,计算出元素的含量。常见的探测器包括硅漂移探测器和闪烁探测器,它们能够提供高分辨率的信号。计算机控制系统负责调控整个分析过程,包括数据采集、处理和分析等功能。波长色散 X 荧光光谱仪能够实现对多元素的同时定量分析,通常具有较高的灵敏度,能够检测到低至 ppm 级别的元素 [1]。

3 S8 TIGER X 射线荧光光谱仪在土壤重金 属检测中的应用

3.1 S8 TIGER X 射线荧光光谱仪的技术特点

S8 TIGER X 射线荧光光谱仪采用了先进的波长色散 X 射线荧光技术,具有高灵敏度、快速分析、多元素检测等技术特点。其采用高分辨率的探测器,能够实现更精确的元素定量分析,特别是在低浓度元素的检测中表现出色。该仪器支持多通道同步分析,可以在一次测量中同时检测多达 30 种元素。S8 TIGER X 的测量时间非常短,一般在几分钟内即可获得完整的检测数据。该设备的光谱分辨率高,能够有效分辨不同元素的特征峰,减少干扰,提高检测的准确性。此外,S8 TIGER X 还配备了自动校准功能,使得仪器能够自动调整,确保测量结果的一致性和可靠性。

3.2 S8 TIGER X 射线荧光光谱仪的工作原理

S8 TIGER X 射线荧光光谱仪的工作原理基于波长色散 X 射线荧光技术。样品受到 X 射线照射时,样品中的元素 会被激发并释放出具有特征波长的 X 射线。仪器通过分光 器将这些 X 射线按波长进行分离,利用探测器测量不同波长的 X 射线强度,进而分析出样品中元素的种类和含量。 S8 TIGER X 具有高精度的光谱分析功能,通过强大的数据处理能力,能够快速、准确地进行元素分析。在土壤重金属检测中,S8 TIGER X 能够通过内置的标准化数据处理程序,快速获取土壤中多种重金属元素的含量信息。与传统的化学分析方法相比,S8 TIGER X 具有显著的优势,尤其是在检测速度和分析精度上。

3.2 S8 TIGER X 在土壤重金属检测中的优势

S8 TIGER X 射线荧光光谱仪在土壤重金属检测中的优势主要体现在其高效、无损和高灵敏度上。土壤样品在分析前无需复杂的预处理,只需将样品放入仪器中进行测量即可,这大大简化了实验过程。S8 TIGER X 能够同时检测土壤中多种重金属元素,如铅、铜、砷、铬等,检测速度快,通常可在 5 至 10 分钟内完成一次测量。在灵敏度方面,该仪器能够检测到低至 ppb 级别的重金属,尤其适合用于土壤中痕量重金属的检测 [2]。S8 TIGER X 的高分辨率使其能够清晰分辨不同元素之间的波长差异,减少了元素间的干扰,提高了测量结果的准确性。此外,该仪器还具有较强的抗干扰能力,能够适应不同类型土壤样品的分析需求,广泛应用

于土壤污染监测和环境保护领域,图 1 为德国布鲁克 AXS 的 S8S8 TIGER 射线荧光光谱仪实拍图。



图 1 德国布鲁克 AXS 的 S8S8 TIGER 射线荧光光谱仪实拍图

4 土壤重金属检测的前处理与分析方法

4.1 土壤样品的预处理技术

土壤样品进入检测流程前需要经过一系列规范化处理以保证分析结果的准确性和代表性。采集后的土壤样品应在常温下自然风干,防止热干造成元素形态改变。风干后需使用木棒或陶瓷研钵进行充分研磨,以破碎团聚体结构,获得粒径均匀的样品。接下来需使用标准筛网进行筛分,通常以粒径小于74微米的部分作为分析样本,以提高分析灵敏度。筛分后的样品应充分混匀,采用四分法或旋转取样器取出分析用量。为保证分析精度,应进行样品均匀性测试并配置空白样和标准样进行比对。样品制片阶段则需加入适量粘结剂,如硼酸或纤维素,使用液压机压制成型,使样品表面平整紧实,有利于X射线在样品表面的均匀激发和光谱获取,提高光谱峰形分辨率与重现性。

4.2 重金属的标准化分析方法

土壤重金属检测需遵循一套标准化的分析方法体系,以确保数据具有准确性、可比性和重复性。在样品处理阶段应遵循《土壤环境质量标准》中所规定的预处理方法和操作条件,包括干燥、研磨、过筛及均匀性控制。分析方法方面需结合国家标准 GB/T 17141 和 HJ/T 299 等技术规范,对目标金属元素进行定量分析。测量过程中需配备国标物质认证的标准土壤样品,并按照样品质量浓度梯度建立校准曲线。样品测定值应与标准样一致性在 $\pm 5\%$ 范围内,且每次测量应包含至少 1 个标准物质、1 个空白样和 1 个平行样。对于谱图解析结果应依据重金属元素的 $K\alpha$ 和 $K\beta$ 线特征波长判定,并使用软件进行背景扣除与矩阵校正。整个检测流程必须经过质量控制审核,确保结果满足实验精度和实验重复性的技术指标。

4.3 波长色散 X 荧光光谱法与其他检测方法的对比

与火焰原子吸收光谱法相比,波长色散 X 荧光光谱法的样品处理时间减少了约 60%,分析速度提高至每小时可

测 30 个样本,数据重复性误差控制在 2% 以内。与电感耦合等离子体质谱相比,其检测限略高,在 Pb、Cu、Cr等元素上的检测下限分别为 5mg/kg、0.8mg/kg、10mg/kg,但不需酸消解或高温消化等化学处理流程,避免试剂污染和复杂前处理,提升整体效率约 70%。相比于石墨炉原子吸收,波长色散 X 荧光光谱法能同时检测 30 种以上元素,适用于重金属污染综合评价。在成本方面,其单样本检测费用低于 10 元,而 ICP-MS 费用可达 50 元以上,在大批量样本检测中更具经济效益。精度方面,对于高含量金属元素,如 Fe、Mn等,其测定结果与 ICP-OES 法误差低于 3%,具有良好的一致性与适配性 [3]。

5 S8 TIGER X 射线荧光光谱仪的土壤重金属检测效果分析

5.1 检测精度与灵敏度

S8 TIGER X 射线荧光光谱仪在土壤重金属检测中的精度和灵敏度表现优异。在检测 Pb 元素时,其检出限可达到1.2mg/kg,测量误差控制在1.5%以内。对于 Cu 元素,在预处理良好和基体校正的条件下,其检出限为0.6mg/kg,重复测量标准偏差小于0.05。该仪器在30次重复测量中,标准样品 Pb 浓度均值为51.3mg/kg,最大偏差不超过1.7mg/kg。灵敏度方面,对于 As、Cr等中等浓度元素,仪器在5分钟测量时间内可稳定捕捉其 K α 峰,信噪比达到40:1。结合多次测量数据分析,S8 TIGER X 在不同浓度区间的测量误差分布稳定,无明显系统偏差,满足土壤环境调查中对痕量和中高含量金属元素的检测精度要求。

5.2 重金属种类的检测范围

S8 TIGER X 光谱仪在土壤检测中可覆盖多达 40 种元素,其分析范围覆盖从钠至铀的周期表大部分元素。在常规土壤重金属检测中,该仪器能够稳定检测的重金属种类包括 Pb、Cr、As、Ni、Zn、Cr、Co、Mn、Sb等共计 16 种。对于 Pb和 Cr,其检测浓度区间为 1mg/kg 至 1000mg/kg。仪器设定不同的滤波条件后,可以在一次测量中实现多个元素段的快速扫描,保持较高光谱分辨率并减少信号干扰。在标准样品比对测试中,Pb、As、Zn的实测值与标准值误差均低于 2.1%。高通量筛查场景下,每小时可完成 48 个样品的全部元素扫描,显著提升土壤多元素污染综合评价效率 [4]。

5.3 应用实例与检测结果讨论

以某工业区土壤样品为例,使用 S8 TIGER X 对 20 个样品进行分析,结果显示 Pb 平均浓度为 273.6mg/kg,最大值为 812.4mg/kg,超出土壤风险筛选值标准限值 240mg/kg。Cu 平均值为 2.4mg/kg,标准限值为 1mg/kg,有 14 个点位检测值超标。Cr 含量区间为 35.2mg/kg 至 92.7mg/kg,未出现超标现象。Zn 平均含量为 192.8mg/kg,超过背景值但未达污染阈值。分析过程中,对 3 个样本进行平行测定,其

Pb 测量值标准差控制在 1.2, Cu 为 0.08, 结果重复性良好 ^[5]。 标准物质 GBW07450 中 Pb 和 Cr 实测值分别为 146.1mg/kg 和 74.2mg/kg,与认证值 148.0mg/kg 和 75.0mg/kg 相比误差 均在 ±1.5%。本组数据表明 S8 TIGER X 在实际土壤重金属检测中具有高精度、高效率与良好稳定性,适合用于污染场地土壤重金属快速筛查和定量评估,图 2 为 S8 TIGER X 土壤检测实际操作图。

 对光完成后,打开 C\SPECplus\Data Files\Info 中的 Summary1.tsv (对于带触模屏的 S8 TIGER,该文件在 T\SPECplus\Data Files\Info)。 Summary1.tsv 中保存了对光的结果。



图 2 S8 TIGER X 土壤检测实际操作图

6 结语

波长色散 X 荧光光谱法,尤其是 S8 TIGER X 射线荧光光谱仪,在土壤重金属检测中展现了独特的优势。其高灵敏度、快速分析和无损检测特性,使得土壤中多种重金属元素的同时检测成为可能,为环境污染评估提供了强有力的技术支持。通过精确的仪器性能和标准化的检测方法,S8 TIGER X 能够在不破坏样品的情况下,高效获取土壤重金属含量的数据,并具有较高的重复性和准确性。在土壤污染监测领域,尤其是在大规模污染源评估与环境监控中,波长色散 X 荧光光谱法无疑是一种理想的检测工具。随着技术的不断进步和应用范围的扩大,波长色散 X 荧光光谱法有望在更多领域中发挥重要作用,为环境保护和资源可持续利用提供重要的数据支持。

参考文献

- [1] 曹莉华.荧光光谱法在土壤重金属快速检测中的应用[J].皮革制作与环保科技,2025,6(09):29-30+33.
- [2] 王万萍.利用X射线荧光光谱法检测土壤中重金属的准确性研究 [J].黑龙江环境通报,2024,37(11):151-153.
- [3] 倪晓芳,张长波,唐晓勇.基于模式识别的X射线荧光光谱法用于土壤重金属快速检测[J].光谱学与光谱分析,2024,44(09): 2692-2700.
- [4] 陆旻波.基于特征变量优选策略的土壤重金属含量X荧光光谱检测[J].长江信息通信,2022,35(05):5-7.
- [5] 田衎,郭伟臣,杨永,岳亚萍,张覃,赵亚娴.波长色散X射线荧光光 谱法测定土壤和水系沉积物中13种重金属元素[J].冶金分析, 2019,39(10):30-36.