

岛津电加热原子吸收法海水中微量元素的直接分析

■ 前言

石墨炉原子化器 GFA-EX7 采用数字温度控制, 数字气体控制, 通过改造石墨炉和管道, 可高精度地分析基体含量高的试样。本文介绍海水中微量元素 (Pb、Cd、Cr) 的分析。

■ 测定方法

采集的海水经 5B 滤纸过滤。在海水中添加 Pb 10ppb, Cr 2.5ppb 和 Cd 2ppb (日本环境基准值 Pb 和 Cd 为 0.01mg/L[10ppb], 六价铬 0.05mg/L[50ppb])。以未添加海水做为空白, 采用标准添加法测定此样品。

使用电加热原子吸收法时, 经常添加具有抑制化学干扰和测定元素挥发损失的基质改良剂。这次, 将在日本上水试验法和工厂排水试验法 (JIS K 0102) 等的公定法中采用的、最为人们熟知的硝酸钡作为基质改良剂添加在全部试样中。

作为参考采用火焰法求出的主要成分 Na、K、Mg、Ca 的浓度如表 1 所示。

表 1 Na、K、Mg、Ca 的分析结果

元素	浓度 (%)
Na	0.84
K	0.033
Mg	0.099
Ca	0.048

■ 测定结果

图 1 至 3 是各元素的测定结果。

光谱仪参数

分析元素 : Pb
分析波长 : 217.0nm
狭缝宽 : 1.0nm
电流值 : 10mA
亮灯方式 : BGC-D₂

温序程序

灰化 : 900℃ 60 秒
原子化 : 2000℃ 3 秒

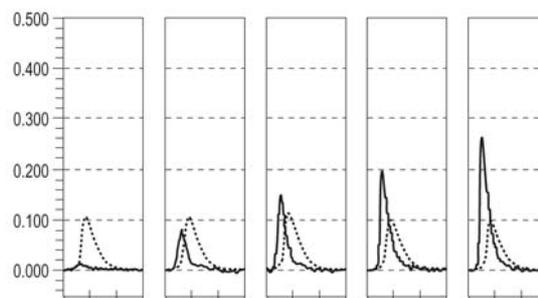
石墨管型号 : 高密度石墨管

进样量 : 4μL

合计进样量 : 20μL

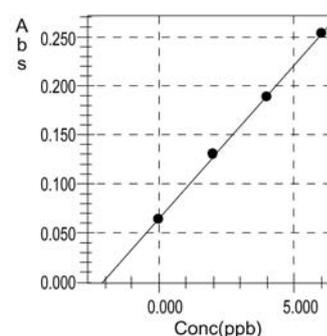
改进剂 : 添加硝酸钡 200ppm 溶液 4μL

峰轮廓图:



试样吸光度 空白 0.0155 未添加 0.0641 +2ppb 0.1300 +4ppb 0.1888 +6ppb 0.2531

标准添加法的工作曲线



分析结果

测定值	2.08ppb
海水中浓度	10.4ppb
添加浓度	10ppb
回收率	104%

图 1 海水中 Pb 的测定

光谱仪参数

分析元素 : Cd
 分析波长 : 228.8nm
 狭缝宽 : 1.0nm
 电流值 : 8mA
 亮灯方式 : BGC-D₂

温度程序

灰化 : 600°C 20 秒
 原子化 : 1000°C 5 秒

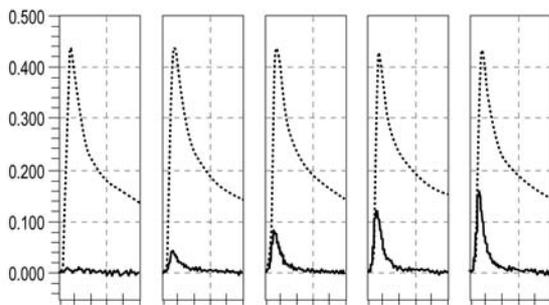
石墨管型号 : 高密度石墨管

进样量 : 2μL

合计进样量 : 20μL

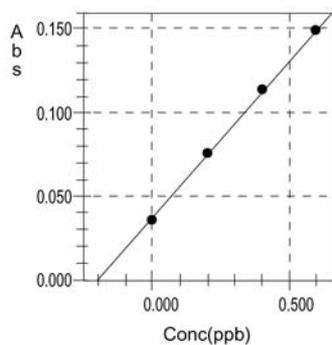
改进剂 : 添加硝酸钡 200ppm 溶液 4μL

峰轮廓图:



试样吸光度	空白	未添加	+0.2ppb	+0.4ppb	+0.6ppb
	0.0052	0.0356	0.0757	0.1137	0.1484

标准加入法的工作曲线



分析结果

测定值	0.196ppb
海水中浓度	1.96ppb
添加浓度	2ppb
回收率	98%

图 2 海水中 Cd 的测定

光谱仪参数

分析元素 : Cr
 分析波长 : 357.9nm
 狭缝宽 : 1.0nm
 电流值 : 10mA
 亮灯方式 : BGC-D₂

温度程序

灰化 : 1300°C 30 秒
 原子化 : 2300°C 2 秒

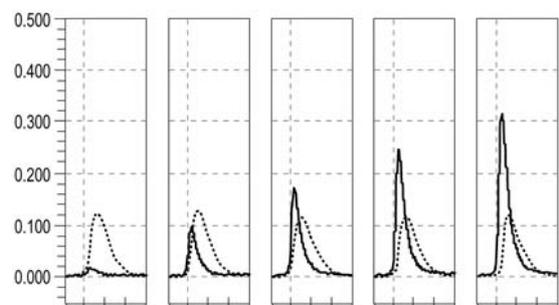
石墨管型号 : 热解石墨管

进样量 : 4μL

合计进样量 : 20μL

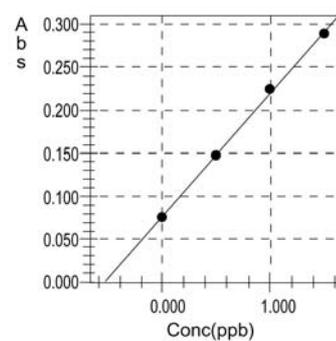
改进剂 : 添加硝酸钡 200ppm 溶液 4μL

峰轮廓图:



试样吸光度	空白	未添加	+0.5ppb	+1ppb	+1.5ppb
	0.0178	0.0751	0.1461	0.2235	0.2888

标准加入法的工作曲线



分析结果

测定值	0.526ppb
海水中浓度	2.63ppb
添加浓度	2.5ppb
回收率	105%

图 3 海水中 Cr 的测定