

# 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-D<sub>2</sub>

### 温序程序

灰化：900℃ 60 秒  
原子化：2000℃ 3 秒

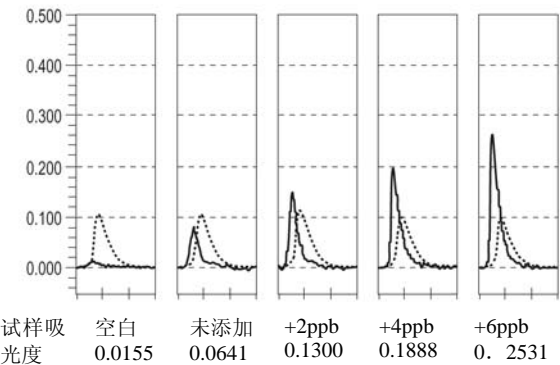
石墨管型号：高密度石墨管

进样量：4μL

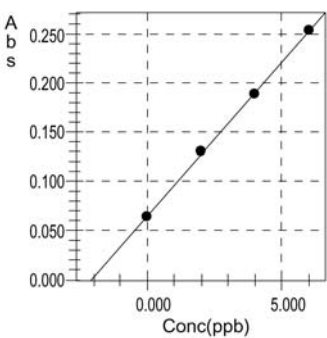
合计进样量：20μL

改进剂：添加硝酸钡 200ppm 溶液 4μL

### 峰轮廓图：



### 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

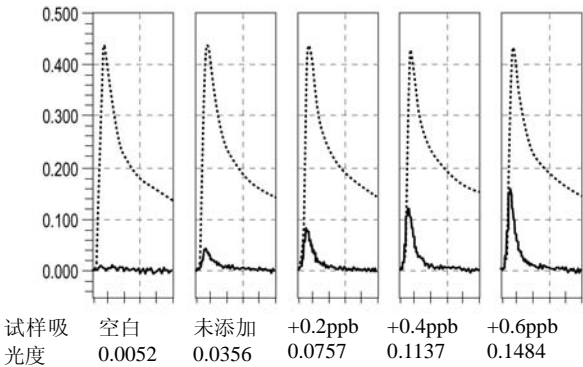
分析元素：Cd  
分析波长：228.8nm  
狭缝宽：1.0nm  
电流值：8mA  
亮灯方式：BGC-D<sub>2</sub>

温度程序

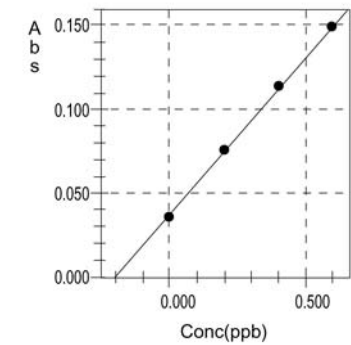
灰化：600℃ 20 秒  
原子化：1000℃ 5 秒  
石墨管型号：高密度石墨管

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：



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

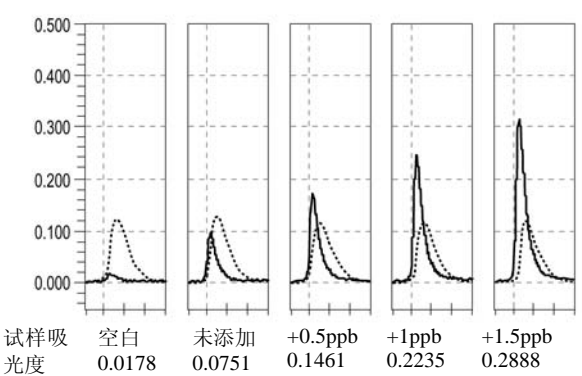
分析元素：Cr  
分析波长：357.9nm  
狭缝宽：1.0nm  
电流值：10mA  
亮灯方式：BGC-D<sub>2</sub>

温度程序

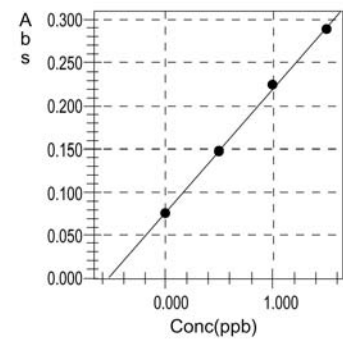
灰化：1300℃ 30 秒  
原子化：2300℃ 2 秒  
石墨管型号：热解石墨管

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：



标准添加法的工作曲线



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