

应用方案 | 砷汞铅镉的含量测定 | 原子荧光光谱法

实验室所用玻璃器皿用 20~30%硝酸浸泡 24 小时以上，超声波清洗，否则容易产生污染。

注：关于标准浓度和荧光条件只是一个参考标准，具体实施根据实际测试的灵敏度和稳定性来设定，以达到需求的灵敏度和稳定性为前提，尽量降低元素灯电流和负高压，以延长其使用寿命。

一、 砷汞同测：

1、 载流：5%HCL (V/V)

2、 还原剂：(1.0g+0.5g) %的 (KBH₄+NaOH) 混合溶液 (m/V)

3、 混合标准工作溶液浓度曲线绘制：

As: 0.0、 2.0 、 4.0 、 8.0 、 16.0 ug/L

Hg: 0.0、 0.2 、 0.4 、 0.8 、 1.6 ug/L

介质：(1.0g+1.0g+5.0mL) %的 (硫脲+抗坏血酸+HCL) 混合溶液

4、 荧光测定条件：

AB 双通道同时测量，As 主电流 40~80mA，辅电流为主电流的二分之一

Hg 主电流 30~40mA，辅电流 0mA (阳极发光)

二、 铅的测试：

5、 载流：5%HCL (V/V)

6、 还原剂：(2.0g+0.5g) %的 (KBH₄+NaOH) 混合溶液 (m/V)

7、 标准工作溶液浓度曲线绘制：

Pb: 0.0、 1.0 、 2.0 、 4.0 、 8.0 ug/L

介质：(0.5g+1mL) %的 (铁氰化钾+HCL) 混合溶液

提示：铁氰化钾在碱性环境下比在酸性环境下 (与酸反应) 更稳定, 所以将铁氰化钾与还原剂混合配制更佳。

8、 荧光测定条件：

A (或 B) 通道测量，Pb 主电流 40~80mA，辅电流为主电流的二分之一

三、 镉的测试:

9、 载流: 5%HCL (V/V)

10、 还原剂: (3.0g+1.0g) %的 (KBH₄+NaOH) 混合溶液 (m/V)

11、 标准工作溶液浓度曲线绘制:

Cd: 0.0、 0.5 、 1.0 、 2.0 、 4.0 ug/L

介质: (1.0g+0.2mg+1.0mL) %的 (硫脲+钴+HCL) 混合溶液

12、 荧光测定条件:

B (或 A) 通道测量, Cd 主电流 40~80mA, 辅电流为主电流的二分之一

四、 样品消解 (食品为例):

在采样和制备过程中, 应注意不使试样污染, 试样应在 60 ° C 的烘箱中干燥、恒重。磨碎, 过 20 目筛, 储于塑料瓶中, 保存备用。

13、 **微波消解 (推荐):** 称取约 0.5 g (精确至 0.0001g) 样品于聚四氟乙烯消解罐中, 加 4 mL 硝酸, 2mL 过氧化氢, 2mL 水, 轻轻摇匀, 放置 2 h, 按微波消解条件进行消解。消解结束后, 溶液呈无色或淡黄色, 取出消解罐, 放入控温电加热器中, 在 130 ° C 条件下, 赶酸 2h~3h, 蒸发至 约 1mL, 用水少量多次洗涤消解罐, 洗液合并于 20~25mL 容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 混匀备用。 随同做试剂空白。

移取 10mL 消解液, 配制成与标准溶液基体相同的测定样液, 摇匀备用 (测 As 需放置 30 min)。

14、 **湿法消解:** 称取约 1.0g (精确到 0.0001 g) 样品于锥形瓶中, 放数粒玻璃珠, 加 20mL 硝酸, 加漏斗于电热板上加热, 待红棕色烟冒尽, 再加 2mL 高氯酸, 直至冒白烟, 继续加热至近干, 加 2.5 mL 硝酸, 并用少量水冲洗漏斗和锥形瓶, 低温加热, 此时消化液呈无色透明或略带黄色, 继续加热至 1~2mL, 然后加入 10mL 纯水, 继续加热。反复加水 2~3 次, 每次加热至约 1~2mL。最后, 用水少量多次洗涤锥形瓶, 洗液合并于 20mL~50mL 容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 混匀备用。随同做试剂空白。

移取 10mL 消解液, 配制成与标准溶液基体相同的测定样液, 摇匀备用 (测 As 需放置 30 min)。

注意：

一定要随同做试剂空白，如果初次制样，建议每次 2~3 个平行样，或者加标做回收率；

因铅镉的酸度范围较窄，所以消解完成后一定要赶酸，定容前尽量使溶液呈中性（必要时可调节酸度至中性），介质同标准溶液；

因高氯酸与铁氰化钾反应会生成沉淀（高氯酸钾微溶物），测铅时处理样品若加高氯酸一定要赶尽。

注：

1、测砷汞时加入硫脲和抗坏血酸主要是将五价砷还原为三价砷提高灵敏度，也兼具隐蔽剂作用；

2、测镉酸度较窄（0.8~2.2%），1%左右的硫脲和 0.0002%左右的钴可提高其灵敏度和稳定性，较高浓度的还原剂（3~6%）和 0.1%左右的焦磷酸钠可有效防止铜铅等元素的干扰；

3、测铅时用铁氰化钾氧化剂可将二价铅氧化为四价且形成稳定的络合物提高灵敏度，0.02%的草酸溶液作隐蔽剂可抗干扰。

五、 砷汞铅镉标准曲线示例：

标准曲线报告

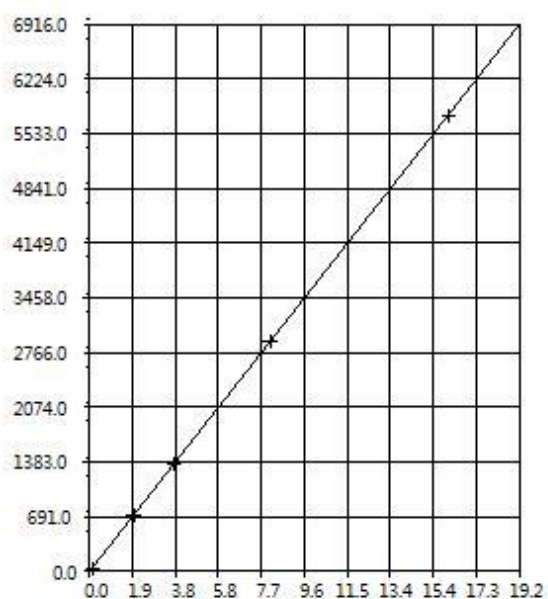
元素: As

通道: A

打印日期: 2022-06-01

相关系数: 0.99975

曲线方程: $360.2235C - 6.2674$



| 序号 | 样品标识 | 浓度 | 单位 | 荧光强度 | 是否参与 |
|----|-------|--------|----|---------|------|
| 1 | STD.1 | | | 44.03 | True |
| 2 | STD.2 | 2.000 | | 711.40 | True |
| 3 | STD.3 | 4.000 | | 1350.89 | True |
| 4 | STD.4 | 8.000 | | 2905.39 | True |
| 5 | STD.5 | 16.000 | | 5763.65 | True |

标准曲线报告

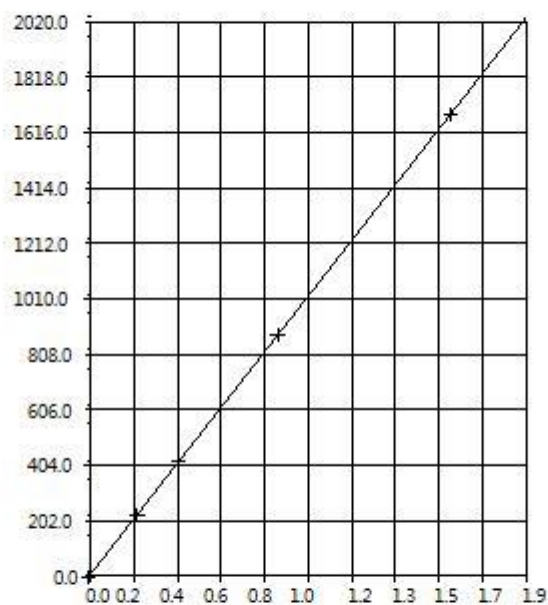
元素：Hg

通道：B

打印日期：2022-06-01

相关系数：0.99968

曲线方程：1055.9818C+5.8936



| 序号 | 样品标识 | 浓度 | 单位 | 荧光强度 | 是否参与 |
|----|-------|-------|----|---------|------|
| 1 | STD.1 | | | -5.44 | True |
| 2 | STD.2 | 0.200 | | 223.16 | True |
| 3 | STD.3 | 0.400 | | 418.09 | True |
| 4 | STD.4 | 0.800 | | 878.02 | True |
| 5 | STD.5 | 1.600 | | 1683.59 | True |

标准曲线报告

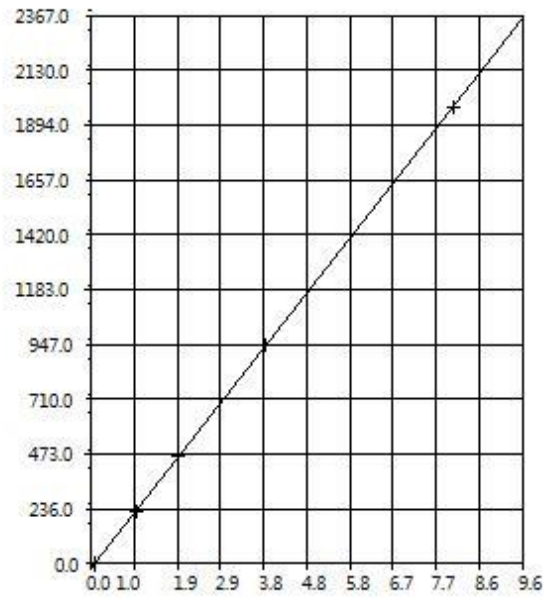
元素：Pb

通道：B

打印日期：2022-06-01

相关系数：0.99972

曲线方程：247.1613C-19.3386



| 序号 | 样品标识 | 浓度 | 单位 | 荧光强度 | 是否参与 |
|----|-------|-------|----|---------|------|
| 1 | STD.1 | | | 0.59 | True |
| 2 | STD.2 | 1.000 | | 228.85 | True |
| 3 | STD.3 | 2.000 | | 463.85 | True |
| 4 | STD.4 | 4.000 | | 944.35 | True |
| 5 | STD.5 | 8.000 | | 1973.08 | True |

标准曲线报告

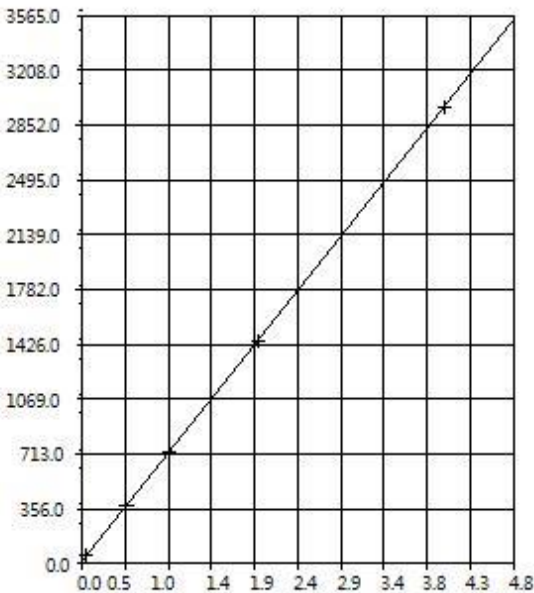
元素：Cd

通道：A

打印日期：2022-06-01

相关系数：0.99970

曲线方程：733.1940C+16.4409



| 序号 | 样品标识 | 浓度 | 单位 | 荧光强度 | 是否参与 |
|----|-------|-------|----|---------|------|
| 1 | STD.1 | | | 52.31 | True |
| 2 | STD.2 | 0.500 | | 377.86 | True |
| 3 | STD.3 | 1.000 | | 729.63 | True |
| 4 | STD.4 | 2.000 | | 1450.17 | True |
| 5 | STD.5 | 4.000 | | 2971.20 | True |