

石墨炉原子吸收光谱法测定砷

尚明昆

(思茅地区环境监测站 云南省思茅 665000)

摘 要 用石墨炉原子吸收光谱测定微量砷,比用“二乙氨基二硫代甲酸银光度法”简单,分析快速,试剂用量少,测定过程砷损失少、污染也小。

关键词 砷 精密度 准确度 石墨炉原子吸收法

砷是人体非必需微量元素,一般情况下,土壤、水、空气、植物和人体都含有微量的砷,而砷是我国实施排放总量控制元素之一。摄入过量的砷会使人中毒甚至死亡,我们常用的分析方法是“二乙氨基二硫代甲酸银光度法”,原理是锌与酸作用生成新生态氢,在碘化钾和氯化亚锡存在下,使五价砷还原为三价砷,又被新生态氢还原成气态砷化氢,用二乙氨基二硫代甲酸银—三乙醇胺的三氯甲烷溶液吸收,在波长510nm处测吸收液的吸光度。测定砷时反应时间长,试剂用量多,步骤繁琐,还要注意酸度和吸收等问题。而石墨炉原子吸收分光法有着简单、快速、试剂用量少、样品直接测定等优点。

1. 仪器与试剂

TAS—986石墨炉原子吸收光谱仪(北京普析通用仪器公司),砷(As)空心阴极灯,高纯氩气,砷标准储备液,0.2 % 硝酸液,去离子水,硝酸镍溶液: $=16\text{g/L}$ 。

2. 仪器工作条件

程序温度(℃)升温(s)保持时间(s)

干燥120520

灰化850215

原子化250005

清除270012

$r=0.9990$ $a=0.0024$ $b=0.0017$

波长193.7nm,通带0.4nm,灯电流6mA,氘灯电流20mA,进样量25μL,负高压594V,

积分方 式：峰高。室温25℃，湿度60%，氙灯扣背景。

3. 分析步骤

(1) 试样为国家环境标准考核样品：编号GSB 3610117，按样品考核说明用纯水稀释后得0.22 3±0.014mg/L，再取5mL于50mL容量瓶中，加2.5mL硝酸镍溶液再加0.2% 硝酸液至50mL，含 量为22.3μg/L砷。未知样制备法同上，待测。

(2) 标准曲线：取每毫升含1.0微克砷标准溶液0， 0.2， 0.5， 1.0， 3.0， 5.0mL于50mL 容量瓶中，各加2.5mL硝酸镍溶液再加 0.2%硝酸溶液至50mL，相当于0， 4， 10， 20， 60 ， 100μg/L系列。标准系列的吸光度见表1。

表1 标准曲线的吸光度

mL	0	0.2	0.5	1.0	3.0	5.0
ng	0	4	10	20	60	100
Abs	0	0.026	0.036	0.046	0.064	0.130
Abs-A0	0	0.010	0.020	0.038	0.104	0.172

(3) 经测定已知样砷含量为：22.3μg/L(n=6)见表2。

表2 样品测定结果

测定次数	Abs(吸光度)	A0空白	Abs-A0	平均结果(μg/L)	RSD(%)
10	0.066	0	0.040		
20	0.065	0	0.039		
30	0.067	0	0.026	0.040	22.123.2
40	0.064	0	0.038		
50	0.066	0	0.040		
60	0.068	0	0.042		

未知样考核结果合格，回收率98%。精密度和准确度经过实验分析较好。

4. 讨论：

石墨炉分析比火焰法更易受干扰，干扰主要来自基体，分析砷可以加入化学改进剂镍将干扰 物在原子化前尽量除去。故选择好灰化温度极为重要，为找到最佳灰化温

度，实验从400℃ 至1100℃之间都作了不同的分析结果，从实验的吸光度可看出，从400℃到800℃是成上升趋势，800℃到1100℃的吸光度出现平台，所以选择了850℃的灰化温度。见图1。

石墨炉如无自动进样器时，分析者的进样操作水平也很重要，掌握好进样操作，吸光度的重现性就好。当然分析实验的精密度和准确度都是可靠的。

参 考 文 献

方荣. 主编 原子吸收光谱法在卫生检验中的应用，1991年5月，北京，北京大学出版社