

气态离子吸收法测定超痕量砷

何 秉 站

(延边朝鲜族自治州环境保护监测站)

用无火焰原子吸收法测定砷,为防止砷在干燥,灰化时的挥发问题^[1],许多学者采用加入不同的盐或酸的方法以及分离富集技术等,但均不能达到检出限为 0.005 微克/升的砷。

本文所介绍的方法可检出 0.005 微克/升的砷(20 微升样品),浓度与消光值的线性范围为 0.005—0.1 微克/升,回收率为 90—110%。

一、测定原理

气态离子吸收法与蒸气发生法基本相同^[2],蒸气发生法需用强还原剂氢硼化钠或氢硼化钾,使 As, Se, Sd, Bi 等生成氢化物,用载气吹入光吸收池,这使氢化物被载气稀释了,氢化物在光吸收池中停留的时间很短,因此灵敏度不可能太高。而气态离子吸收法不需强还原剂,只将超痕量的 As^{3+} 置于石墨炉中缓慢加热,使其汽化,即可在石墨炉中停留较长的时间,因而使 As^{3+} 对光的吸收率提高,增大了消光值。

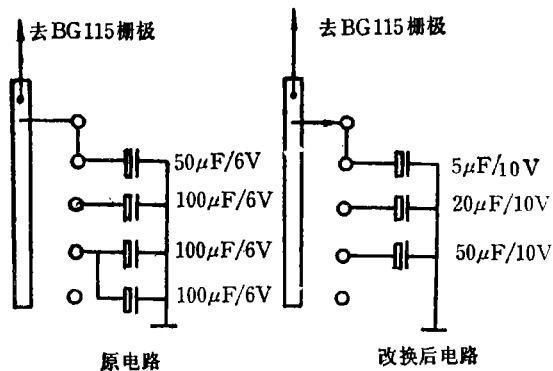


图 1 改装线路图

二、主要仪器

WYX-401 型原子吸收分光光度计(自配图们产石墨炉电源),将仪器工作选择开关内部电路 1,2,3 档的电解电容分别换上 $5\mu F/10V$, $20\mu F/10V$, $50\mu F/10V$, 电路见图 1。

三、实验方法

(1) 工作状态选择

工作状态选择二档,砷灯,波长 1937Å ,狭缝 1 毫米,砷灯电流 10 毫安,记录纸速 1 厘米/分。干燥电流为 10 安,10 秒,室温 100°C ,灰化电流 30 安,30 秒, $100-300^{\circ}\text{C}$,原子化电流 0 安,2 秒。

从干燥到原子化过程不通惰性气体,原子化结束时通气 5—10 秒(流量 1.5 升/分),把炉内水蒸气吹掉。

在装有 5 升去离子水的塑料瓶中加入 2.5 毫升优级纯浓硝酸,取 20 微升进样做空白实验,如果没有锐峰出现即可使用,见图 2。用该水配制砷的标准溶液和稀释用水。



图 2 空白实验标准图形

(2) 标准样品的配制

取 1.0 微克/毫升的 As^{3+} 标准溶液 1.0 毫升置容量瓶中定容至 500 毫升,浓度为 2.0 毫微克/毫升,分别取 2.0 毫微克/毫升的标准溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 毫升分别定容至 200 毫升容量瓶中,浓度分别为 0.010, 0.020, 0.030, 0.04, 0.05 微克/升,用前临时配制。

分别取 0.010, 0.020, 0.030 微克/升的

As^{3+} 标准溶液和去离子水各 10 微升进样,测定结果见图 3。

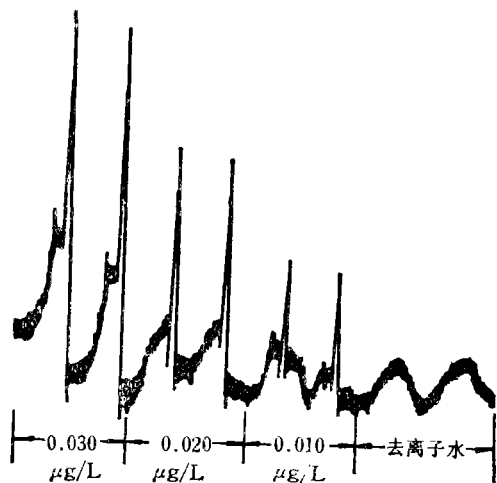


图 3 标准样品图

四、样品测定

取以上稀释用水 20 微升进行测定,图中不得有锐峰出现,再分别取 0.010, 0.020, 0.030, 0.040, 0.05 微克/升的标准溶液各 10 微升测定,描绘曲线,然后取水样 10 微升进行测定,丰水期 30 个取样点的测定结果见表 1。

表 1 水样测定结果

编号	含量 ($\mu\text{g/L}$)	编号	含量 ($\mu\text{g/L}$)	编号	含量 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.008	11	0.11	21	0.008
2	0.031	12	0.70	22	<0.005
3	0.035	13	0.10	23	0.005
4	0.056	14	0.068	24	<0.005
5	0.005	15	0.021	25	<0.005
6	0.020	16	0.125	26	0.005
7	0.065	17	0.130	27	0.005
8	0.069	18	0.110	28	<0.005
9	0.070	19	0.105	29	<0.005
10	0.054	20	0.015	30	<0.005
C_1	0.031	C_2	0.029	C_3	0.029

C_1 , C_2 , C_3 是标准溶液,浓度是 0.030 微克/升,其作用是提高测定水样结果的可靠性,在测定水样时同时测定。

五、干扰实验

取含有 10 毫克/升的 Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Cr^{6+} , Ni^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Mn^{2+} , K^+ , Na^+ , Fe^{3+} , Sn^{4+} , Ba^{2+} 与 0.5% 硝酸的混合液 20 微升进样,测定结果图 4a, 图中没有锐峰出现。

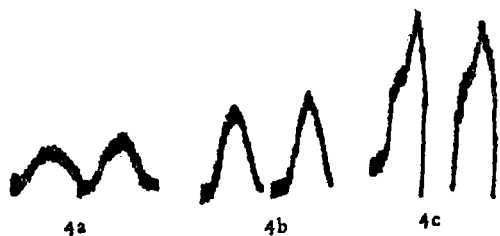


图 4 干扰实验结果

取 0.5% 的磷酸,盐酸,硫酸混合液 20 微升进样测定结果见图 4b, 图中也无锐峰出现。

取 0.5% 的乙醇,乙胺,草酸,酒石酸混合液 20 微升进样,测定结果见图 4c, 虽有较大峰出现,但仍不是锐峰。

以上干扰物都不出现锐峰,不干扰测定。

在上述干扰溶液中分别加入 As^{3+} , 使其浓度为 0.005 微克/升,进样 20 微升所得结果与不加干扰物非常接近,表明上述干扰物对测定 As^{3+} 无明显干扰,测定水样的最佳线性范围为 0.005—0.05 微克/升对最低检出浓度测定十次,标准偏差为 7%。

该法快速,灵敏度高,相关系数好,在测定有机液体中砷时,因大量的有机蒸气要吸收一部分光,使起始记录不够理想,定要将玻璃仪器及所用工具认真清洗。该法也适用于其他金属和非金属的气态离子。

参 考 文 献

- [1] 贵田晶子,分析化学(日)31(1)1(1982).
- [2] Brodie, K. G., 国外化学, 第六集, 原子吸收光谱法, 第 54 页, 科技文献出版社, 1981.