

# 石墨管 – 高分辨连续光源原子吸收光谱法测定沉积物中的砷

## Application Note HR-CS AAS—Graphite Tube Technique Determination of As in Sediment

本文的测定方法是基于有证参考物质 NBS 1645/1( 河水沉积物 )而建立的 ,标物中 As 的含量为 66 mg/kg( 标准值 )。采用配有自动进样器的高分辨连续光源原子吸收光谱仪( HR - CS - AAS )进行测定。

高分辨的光学系统可以将谱线干扰完全分离 ,采用静态背景校正模式进行校正。通过优化温度和时间 ,可以将测量的影响降至最低。有证标准物质的测定值与标准值吻合 ,充分验证了该分析方法的准确性。

### 1 样品制备

称取约 1 g 沉积物样品 ,在微波中用 3 mL  $\varphi = 65\%$ ( 体积分数 )的  $\text{HNO}_3$ ( Suprapur 纯 )和 37% 的  $\text{HCl}$ ( Suprapur 纯 )分解提取。滤液过滤至 50 mL ,在分析之前用 10% 的去离子水稀释。

### 2 仪器工作参数

HR - CS - AAS 仪器工作参数为 :测量波长 193.696 nm ,热解( Pyrolysis )温度 925  $^{\circ}\text{C}$  ,原子化温度 2300  $^{\circ}\text{C}$  ,升温( Ramp )速率 630  $^{\circ}\text{C}/\text{s}$  ,进样量 20  $\mu\text{L}$  ,基体改进剂为 5  $\mu\text{L}$  1 g/L  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$  溶液 ,积分像素点( Eval Pixels )为 3 ,测量时间 2 s ,延迟( Delay )时间 1.3 s ,光谱数量 60 ,像素点 200 个 ,光谱范围 0.24 nm ,背景校正为静态。

### 3 校准曲线

用水标准进行校正。在稀  $\text{HNO}_3$  中用 50  $\mu\text{g}/\text{L}$  As 溶液配制 10、20、30、40、50  $\mu\text{g}/\text{L}$  的标准系列 ,制作校准曲线。如图 1 所示。

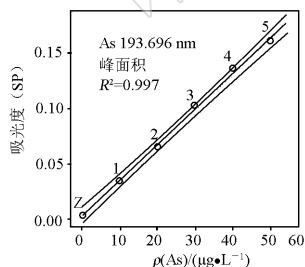


图 1 As 的校准曲线

### 4 样品测定结果

NBS 1645/1( 河水沉积物 )样品 HR - CS - AAS 测定谱图如图 2 所示 ,样品中 As 的分析结果为 68.7 mg/kg( 标准值 66 mg/kg )。

### 5 结语

利用高分辨连续光源原子吸收光谱法可以实现沉积物的测定。在 As 谱线附近存在 Fe 线 193.663 nm 和 Al 线 193.582 nm( 样品中 Fe 的含量为 11.3% ,Al 为 2.26% ) ,

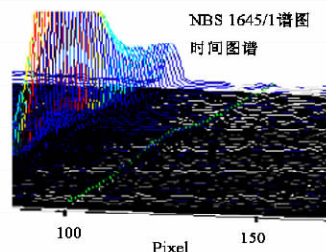
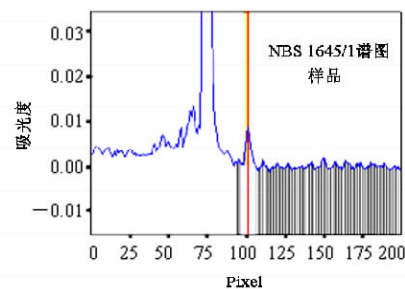
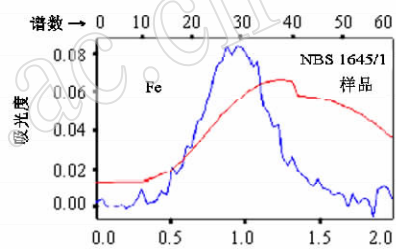
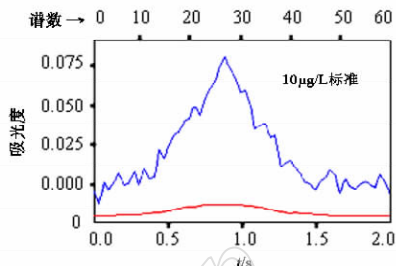


图 2 NBS 1645/1( 河水沉积物 )样品 HR - CS - AAS 测定谱图

德国耶拿分析仪器股份公司供稿  
方法编号 :CSAA\_EA\_05\_07\_d