

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 HNO_3 (Suprapur 纯)和 37% 的 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 μL ,基体改进剂为 5 μL 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 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。

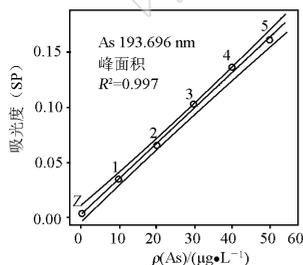


图 1 As 的校准曲线

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%) ,

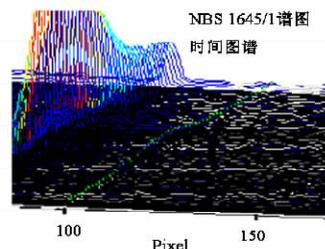
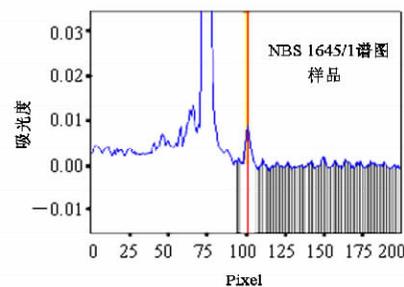
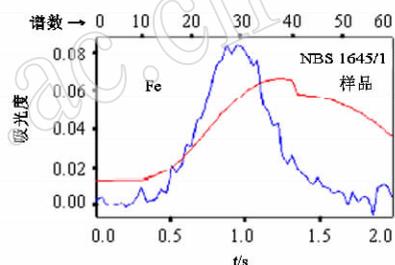
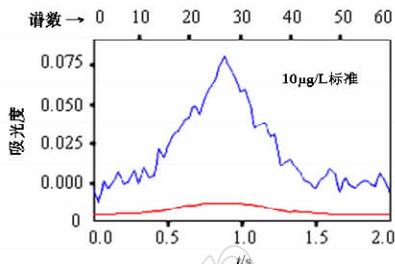


图 2 NBS 1645/1(河水沉积物)样品 HR - CS - AAS 测定谱图

德国耶拿分析仪器股份公司供稿
方法编号 :CSAA_EA_05_07_d