

断续法氢化物发生-原子荧光光谱 测定地质样品中的微量砷

王菊香^① 王亚红 郭爱武

(青海省岩矿测试应用研究所 西宁市盐湖巷 15 号 810008)

摘要 在盐酸介质中,以硼氢化钾为还原剂,用断续法氢化发生-原子荧光光谱测定地质样品中的微量砷,该方法检出限为 $0.1 \mu\text{g/g}$,精密度小于 10%。

关键词 断续法,氢化物发生-原子荧光光谱,砷。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2008)03-0362-03

1 前言

砷的测定主要有分光光度法^[1]、极谱法^[1]、石墨炉平台原子吸收法^[2,3]、原子荧光光谱法^[4]。其中断续法氢化物发生-原子荧光光谱测定的微量砷具有操作简便、分析速度快、灵敏度高等优点。对地质样品中的微量砷进行测定,得到了较好的结果。

2 实验部分

2.1 仪器

AFS-820 原子荧光光谱仪(北京吉天仪器有限公司)配有砷特制空心阴极灯。仪器条件为:光电倍增管负高压 300V,原子化器温度 200℃,原子化器高度 9mm,灯电流 60mA,载气氩气(Ar)流量 400mL/min,屏蔽气(Ar)流量 1000mL/min,读数时间 10s,延迟时间 2s。

2.2 试剂

砷标准溶液:称取 0.0100g 砷粉,加入 20mL 盐酸及数滴硝酸,温热溶解,移入 1000mL 容量瓶中,用 5mol/L 盐酸稀释至刻度,此溶液为 10mg/L。用时逐级稀释至 0.002mg/L(5mol/L 盐酸稀释至刻度含 Fe 盐 0.5mg/mL)

KBH₄ 溶液:称取 KBH₄(分析纯)7g 于 1000mL 烧杯中,加入氢氧化钠(分析纯)1g,再加入 1000mL 离子交换水溶解。其他试剂为分析纯。实验用水为离子交换水。

断续流动程序见表 1。

表 1 断续流动程序

步骤	t/s	V(r·min ⁻¹)		读数
		A 泵	B 泵	
1	10	100	100	否
2	15	120	120	是

2.3 实验方法

在一系列 25mL 的烧杯中,依次加入 0.000、0.001、0.002、0.004、0.008 μg 的砷,再加入 0.5mL 高氯酸、1mL 的氢溴酸,盖上表皿,在低温电热板上蒸发至冒烟,取下加入适量的 5mol/L 盐酸溶

① 联系人,手机:(0) 13997094202; E-mail: xuesh2006@sina.com

作者简介:王菊香(1967—),女,河南省武陟县人,工程师,主要从事微量元素分析工作。

收稿日期:2007-12-20;接受日期:2008-01-07

液, 在电热板上煮沸 2min, 冷却后用 5mol/L 盐酸稀释至 10mL (含 Fe 盐 0.5mg/mL), 摇匀。取 2mL 测定砷的荧光强度。

3 结果与讨论

3.1 溶样试验

砷在自然界中主要以砷化物形式存在, 用 1+1 王水、沸水浴 1h 即可分解完全。

3.2 酸度影响

砷在 1—6mol/L 盐酸介质中灵敏度最高, 实验选用 5mol/L 盐酸(含铁盐)测砷, 见表 2。

3.3 KBH_4 影响试验

结果表明, KBH_4 7g/L 时荧光强度最高, 因此选用 7g/L 作为测定时的浓度, 见表 3。

表 2 盐酸酸度对分析结果的影响

HCl(mol/L)	1	2	3	4	5	6
$I_f(\text{Te})$	24	24	26	28	30	30

表 3 KBH_4 质量浓度对分析结果的影响

$\text{KBH}_4(10^{-2}\text{g/L})$	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
$I_f(\text{Te})$	28	29	30	29	27

3.4 干扰试验

对于砷的干扰, 通过加入铁盐及提高酸度可以大大降低干扰程度, 测砷时加入氢溴酸蒸发可消除砷、锑、锡、硒、汞的干扰, 还可适当降低取样量来避免干扰。对于一般化探样品不经分离可直接测定 0.x ppm 的砷。

3.5 样品分析

准确称取 0.5000g 样品于 25mL 的比色管中, 加入 1+1 王水 10mL, 于沸水浴中加热溶解 1h, 其间摇动 2 次, 取下冷却, 用水稀释至刻度, 摇匀。分取 5mL 清液于 25mL 小烧杯中, 以下操作同标准溶液。

3.6 准确度

对地质样品国家一级标准物质 GBW07303 和 GBW 07305 中砷进行测定, 表 4 结果表明, 测定值和标准值吻合。

表 4 准确度实验

($\mu\text{g/g}$)

	本法	标准值
GBW 07303	0.15	0.14±0.03
GBW 07305	0.11	0.12±0.03

3.7 精密度

对国家标准一级物质 GBW 07310 测定 12 次, 方法精密度(RSD)为 4.36%, 见表 5。

表 5 精密度实验

$\omega(\text{Te})/10^{-6}$

标准值	分析测定值				平均值	RSD(%)
0.083	0.080	0.085	0.077	0.075	0.082	4.36
	0.082	0.084	0.084	0.079		
	0.081	0.086	0.080	0.086		

参考文献

- [1] 岩石矿物编写组. 岩石矿物分析第一分册[M]. (第 3 版). 西安: 地质出版社, 1991.
- [2] 王万美, 郑民奇. 甲基异丁基甲酮萃取-石墨炉平台原子吸收法测定地质样品中痕量硒和砷[J]. 岩矿测试, 1994, 13(2): 125—127.
- [3] 戴建中, 周春波. 巯基棉分离-氢化物无色散原子荧光法测定岩矿中的硒和砷[J]. 理化检验(化学分册), 1991, 27(4): 232—233.
- [4] 王辉. 原子荧光法连续测定地球化学样品中微量砷、锑、铋、汞、硒、碲[J]. 地质实验室, 1989, 5(1): 24—26.

Determination of Trace Tellurium in Geology Specimen by Means of Intermittent Flow-Hydrate Generation-Atomic Fluorescence Spectrometry

WANG Ju-Xiang WANG Ya-Hong GUO Ai-Wu

(The Rock and Mineral Test Application Research Institute of Qinghai, Xining 810008, P. R. China)

Abstract A method for the determination of trace tellurium in geology specimen by means of intermittent flow-hydrate generation-atomic fluorescence spectrometry in hydrochloric acidic medium was established with potassium borohydride as the reductive agent. The method detection limit was 0.1 μg/g and RSD was 10%.

Key words Intermittent Flow, Hydrate Generation-Atomic Fluorescence Spectrometry, Tellurium.

第四届科学仪器前沿技术及应用研讨会征文通知 (第一轮通知)

随着工农业生产和科学技术的飞速发展,对科学仪器不断提出新的需求,从而推动着科学仪器前沿技术的不断涌现。科学仪器的前沿技术标志着科学仪器的先进性和尖端性,它引领着科学仪器的进一步发展,它的推广和应用表示着科学仪器普遍水平的提高。仪器是认识世界的工具,其水平的普遍提高必然变成更强的认识世界和改造世界的能力,推动生产力的进一步发展。科学仪器涉及到各个领域,不同领域科学仪器前沿技术的相互交流、相互了解,将能促进不同领域仪器科学前沿技术的融合,推动科学仪器的研究、发展和应用,变成更强的生产力。

出于以上的目的,在过去的几年里,《现代科学仪器》作为主办单位与国内一些有关单位合作,已主办过三届科学仪器前沿学术研讨会,在业界产生过重大的影响,为科学仪器的发展和起到了一定的推动作用。

为振兴我国仪器和分析测试事业贡献一份力量,为总结和展现科学仪器国际前沿技术动态和成果,提供一个相互了解、相互交流的平台,《现代科学仪器》编辑部拟与有关单位一起联合召开第四届科学仪器前沿技术及应用学术研讨会。时间暂定在 2008 年 9 月上旬。

一、征文内容要求

1. 国内外自主创新研制仪器的成果,分析测试技术创新的成果。
2. 生命科学、环境监测、农产品食品安全检测等仪器前沿技术及产品。
3. 航天技术所涉及的科学探测仪器和飞行控制仪器。
4. 矿井安全监测仪器所涉及的前沿技术与产品。
5. 资源探测仪器的前沿技术及产品。
6. 近几年热点分析检测技术及先进的分析测试技术应用成果。
7. 各类仪器的前沿技术及应用。
8. 读者可以提出需要某一专题或指出某人作报告,请将建议反馈给我们。

二、征文对象和范围

首先,科学仪器涉及的人员众多,科学仪器的生产企业是仪器事业的主力军,他们不但是科学仪器的生产者、推广者,而且是科学仪器的不断革新者,各种新型仪器都通过他们推向市场,向科研和生产的第一线。各科研单位和大专院校不但广泛地使用各种各样科学仪器,更是各种新型科学仪器的研制者,无时不在探索着前沿技术。广大的科学仪器使用者,对自己所使用的仪

器了如指掌,针对自己所使用仪器的优缺点以及实际需求,能提出具有前瞻性的改进意见。

其次,科学仪器涉及的领域很广、门类很多。例如:环境监测部门需要大气、水、土壤等污染物的监测分析仪器;医疗卫生部门需要的临床检验、诊断和治疗仪器;农牧渔业部门需要食品中有害物质的检测和分析仪器;生物技术部门需要基因工程、药品的分析和检测仪器;工农业生产部门涉及门类更为齐全的各种科学仪器。

为此,凡是从事科学仪器研制和使用国产仪器进行测试分析的专家学者、技术人员、大专院校师生,有关管理人员均可投稿。

三、征文要求

1. 凡符合会议内容的学术论文、研究报告均在应征之列,凡是在国内外公开刊物上发表过的,或在全国性学术会上交流过的论文不属应征之列。
 2. 综述评论不超过 6000 字,研究报告 3000~4000 字,工作经验及报告 3000 字以内。附中英文标题。3000 字及以上论文需加中英文摘要、关键词。
 3. 论文要求主题明确、文字简练、图表规范、数据可靠。图表请用计算机打印或用绘图纸绘制。并用软盘或电子邮件投稿。
 4. 请自留底稿及软盘,稿件用挂号寄来。
 5. 截止日期:2008 年 6 月 30 日,以邮戳为准,过期恕不接受,特殊原因追加 10% 版面费。
 6. 论文处理:会议论文,一经录用,将在《现代科学仪器》上专刊发表。
- 四、本届会议拟邀请多位专家、院士和主管仪器业务的负责同志参加,特邀报告 6 篇以上。读者亦可推荐报告选题。
- 五、欢迎国内外人士、香港、澳门、台湾各界仪器及分析界人士参加。
- 六、请参加会议的同志邮寄征文同时填写报名表,会议也欢迎没有写论文的同志参加。亦请认真填写报名表,并将推荐选题及建议反馈我们。

会议筹备组地址:100089 北京市海淀区西三环北路 27 号理化楼 512 室 《现代科学仪器》编辑部, E-mail: gj@instrumentation.com.cn; info@instrumentation.com.cn; 电话: (010) 68422478/68410135; 传真: (010) 68410137; 联系人: 胡柏顺 吴石增 姜亚光

回执包刮;单位;通讯地址;邮编;电话;E-mail;会议地点;论文题目;建议推荐题目。