

原子吸收石墨炉富集循环功能测定超痕量的砷

AAS-035

摘要：本文使用石墨炉富集循环功能测定超痕量的砷，实验结果表明，仪器在 0 ~ 2 μg/L 浓度范围内有良好的线性关系 $r=0.9985$ ，检出限为 0.01 μg/L，样品加标回收率为 94%，该方法灵敏度高，结果良好，可以满足超痕量砷的测试要求。

关键词：原子吸收 石墨炉 富集循环砷

2011 年 7 月 20 日，迄今为止最严格的《欧盟玩具安全指令》(2009 / 48 / EC) 正式生效。欧盟玩具新安全指令相对于现行的 88/378/EEC 指令做了非常大的变化，在安全方面，修订了化学安全、机械物理、电性能、卫生安全、标识要求等。尤其在化学安全方面，新指令进行了前所未有的修订，明确限制有毒有害化学物质从 8 种增加到 85 种。新指令制定 19 种特定重金属更严格的限制，比如其中液体、粘性材料砷含量要求小于 0.9 mg/kg，普通的 ICP 方法难以满足测试要求，对于石墨炉原子吸收法也要求石墨炉系统要有很高的灵敏度。岛津专利式设计的石墨炉系统，保证了石墨炉测试技术处于世界领先水平。本文介绍通过使用富集循环功能进一步提高测定的灵敏度。石墨炉富集循环是指重复把样品注入到石墨炉（最多可重复注入 20 次），然后干燥和灰化样品来提高样品中待测元素的浓度，从而达到提高灵敏度的目的。

实验部分

1.1 仪器配置

岛津 AA-7000 石墨炉系统 GFA-7000 冷却循环水 CA-1111

1.2 实验条件

波长：193.7 nm
狭缝：0.7 nm
点灯方式：BGC-D₂
灯电流：12 mA
富集循环次数：3
富集循环最后阶段：3
进样体积：50 μL

表 1 石墨炉升温条件

温度	时间	加热方式	气体流量
100	20	RAMP	0.10
200	10	RAMP	0.10
400	10	RAMP	1.00
400	10	STEP	1.00
400	3	STEP	0.00
2200	2	STEP	0.00
2500	2	STEP	1.00

1.3 试剂

盐酸：优级纯，约为 37%（质量分数），密度约为 1.18 g/mL

盐酸溶液：0.07 mol/L

砷标准溶液：浓度为 1000 mg/L

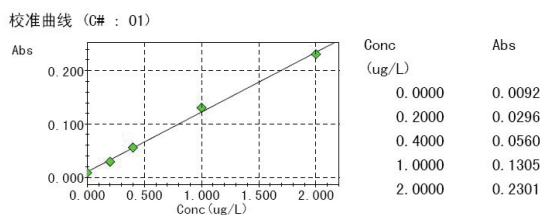
1.4 样品前处理

称约 0.1 g（精确至 0.0001 g）样品于 25 mL 具塞比色管中，加入 5 mL 温度为 $37 \pm 2^\circ\text{C}$ 浓度为 0.07 mol/L 的盐酸。在水浴恒温振荡器中 $37 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温振荡 1 h，然后 $37 \pm 2^\circ\text{C}$ 下放置 1 h，过滤，待测。同时做空白实验。

实验结果

2.1 标准曲线

配制 0、0.2、0.4、1.0、2.0 μg/L 的砷标准溶液测试得到以下工作曲线：



Abs=0.11163Conc+0.010706
 $r=0.9985$

图 1 工作曲线图

在 0.00 ~ 2 μg/L 浓度范围内，浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数 $r=0.9985$ 。

2.2 样品测定结果

表 2 样品测定结果

样品名称	测定值 (μg/L)	称样量 (g)	样品砷含量 (mg/kg)	RSD (%)
BLK	0.019	-----	-----	0.55
Sample1	0.76	0.1012	0.037	3.88
Sample2	0.23	0.1008	0.010	4.42

2.3 检测限及加标回收实验

在选定条件下对空白样品测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率算得检测限为 0.01 μg/L。以同样前处理方法对样品进行加标回收率实验，回收率数据如下表 3 所示：

表 3 加标回收率

样品名称	测定含量	加标量 (μg/L)	测定值 (μg/L)	回收率 (%)
Sample2	0.23	1.00	1.17	94

■ 结论

使用石墨炉富集循环功能，对样品进行了 3 次富集，实验结果表明，仪器在 0-2 μg/L 范围内有着良好的线性关系，线性相关系数 $r=0.9985$ ，检测限为 0.01 μg/L，加标回收率为 94%。该方法测试灵敏度高，可以满足超痕量砷的测试要求。