

## 岛津AA-7800原子吸收应用数据集册



# 前言

原子吸收光谱法是 20 世纪 50 年代中期出现并逐渐发展起来的一种新型的仪器分析方法，该方法是基于气态的基态原子外层电子对其原子共振辐射的吸收强度来测定样品中被测元素的含量，可用于测定溶液中 70 多种不同元素的浓度，结果具有准确度高，可靠性好等特点，在地质、冶金、机械、环境、化工、农业、食品、轻工、生物医药、材料科学等各个领域均有广泛的应用。

1968 年，岛津公司推出第一台原子吸收分光光度计，经过几十年的技术积累，岛津公司拥有诸多独特的原子吸收技术专利，并先后开发出多款性能优异的原子吸收分光光度计。为了更好地应对各类客户的检测需求，岛津公司全新推出一款高稳定性、高灵敏度、高安全性的原子吸收分光光度计 AA-7800。该产品具有双原子化系统、双光束光学系统、全波段高灵敏度背景校正功能（氙灯法和自吸收法），并应用了岛津独有的石墨炉专利技术。此外，该产品还可配置多种附件，如自动进样器、氢化物发生器、冷汞发生器、带角度刻度燃烧头、原子增压器、原子化马弗炉等，客户可根据自身需求进行选配。

作为全球领先的分析仪器和解决方案提供商，岛津公司自 1875 年创立以来，始终坚持“以科学技术为社会做贡献”的创业宗旨，秉承“为了人类和地球的健康这一经营理念”，不断开拓创新，推出符合市场需求的高科技产品。每一次新品的推出，都是在广泛调研用户需求的基础上，着眼于未来，让广大客户能够不断体验到科技创新带来的成果。岛津原子吸收分光光度计 AA-7800 具有安全、稳定、检出限低等优异的仪器性能，为增进广大用户对岛津推出的新品 AA-7800 的深入了解，岛津企业管理（中国）有限公司分析中心整理编写了《岛津 AA-7800 原子吸收应用集册》。本文集汇编了 AA-7800 在食品安全、环境化工、医药以及工业制造等领域的应用案例，为相关行业的客户提供参考。

本文集仅供有关人员学习交流使用，不用于任何商业用途。

岛津企业管理（中国）有限公司  
分析中心

# 目 录

前言 .....	1
<b>一、岛津原子吸收分光光度计 AA-7800 简介 .....</b>	<b>1</b>
<b>二、食品安全 .....</b>	<b>4</b>
稀酸提取-石墨炉原子吸收法测试大米中镉和铅含量 .....	5
AA-7800 石墨炉原子吸收法测定食品中镉、铬、铅元素含量 .....	8
原子吸收法测定茶叶中的铜、铅、镉、砷和汞 .....	11
氢化物发生原子吸收光谱法测定饼干中的硒含量 .....	15
<b>三、环境化工 .....</b>	<b>18</b>
AA-7800 测定水样中钴元素含量 .....	19
森林土壤中全钾、速效钾以及缓效钾的含量测定 .....	22
二乙三胺五乙酸浸提-原子吸收法测定土壤有效态锌、锰、铁、铜的含量 .....	25
AA-7800 测定土壤沉积物中铜、锌、铅、镍、及铬元素含量 .....	29
原子吸收光谱法测定土壤沉积物中的钴、铈及六价铬含量 .....	32
AA-7800 测定工作场所空气中砷及其无机化合物 .....	36
火焰法测定橡胶制品中的铜、锰、铁、锌、铅和镉含量 .....	39
<b>四、医药 .....</b>	<b>43</b>
原子吸收测定活血止痛胶囊药粉中的铅、砷含量 .....	44
石墨炉原子吸收法测定生化药品中的残留钡含量 .....	47
微波消解原子吸收法测定中药及中成药中砷、铜的含量 .....	49
冷蒸气原子吸收法测定中药材中的汞含量 .....	52
<b>五、工业制造 .....</b>	<b>55</b>
原子吸收法测定铜箔电解液中的铜含量 .....	56
原子吸收分光光度法测定电池中的铅、镉和汞的含量 .....	59
高温火焰原子吸收法测定工业循环水中铝离子含量 .....	62
火焰原子吸收法测定铝合金中的锂和银含量 .....	64
原子吸收法连续测定钢丝帘线镀层中的铜、锌含量 .....	67
<b>附录 检测项目快速索引表 .....</b>	<b>70</b>

# 一、岛津原子吸收分光光度计 AA-7800 简介

岛津原子吸收分光光度计AA-7800在原有产品AA-6880的基础上进行了全新改进，具有高性能且安全的火焰分析系统以及高灵敏度且稳定的石墨炉分析系统，双原子化系统可实现灵活多样的系统配置。高能量三维全反射聚焦双光束光学系统、全波段高灵敏度背景校正功能（氘灯法和自吸收法）以及岛津独有的石墨炉专利技术的应用，使得AA-7800可轻松应对食品安全、环境化工、医药以及工业制造等多个领域。其主要特点介绍如下：

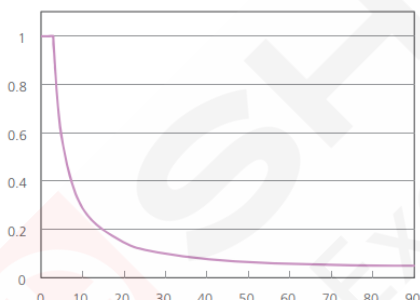
## ◆ 高稳定性的火焰分析

- 1) 双光束光学系统配合稳定的硬件实现了整体卓越的稳定性。

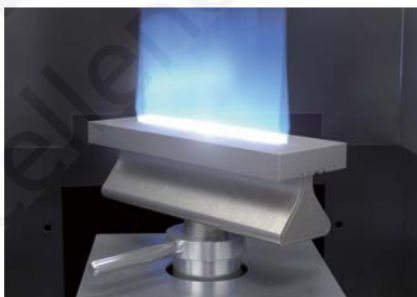


双光束光学系统

- 2) 可从单火焰分析系统升级为火焰石墨炉一体机。  
3) 选配带角度刻度的燃烧头，可改变燃烧头角度用来分析高浓度样品。



燃烧器角度与相对灵敏度的关系



改变燃烧器角度的状态



带角度刻度燃烧头

- 4) 选配原子增压器，可延长火焰中原子蒸汽的滞留时间，实现高灵敏度火焰分析。

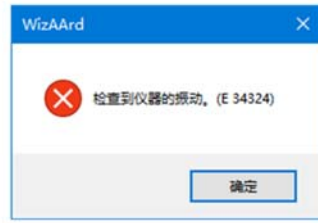
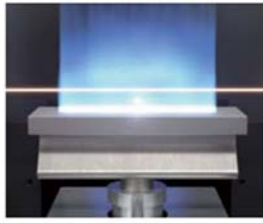
元素	检出限 (mg/L)		增感效果
	无原子增压器	有原子增压器	
Pb	0.0015	0.0007	约 2.1 倍
Cd	0.028	0.012	约 2.3 倍

有无原子增压器时检测下限的比较



原子增压器

- 5) 选配有机溶剂适用部件，可导入 MIBK 和醋酸丁酯等有机溶剂。  
6) 安全性能方面，继承了前代产品所有安全功能的基础上，增加乙炔气调节器故障检测和振动传感器功能



检测到仪器的振动，自动熄火



通过振动传感器自动熄火

#### ◆ 高灵敏度的石墨炉分析

- 1) 原子化阶段内气路减压技术实现高灵敏度测试。
- 2) 精密的内气路电子流量控制器，实现内气流 0.01 L/min 可调。
- 3) 干燥阶段数字化智能电流控温，带有自动温度校准功能；灰化阶段开始光控，准确控制温度。
- 4) 鼓形的石墨管设计实现稳定的无温度梯度的升温。



高密石墨管



热解石墨管



平台石墨管

#### ◆ 兼容高性能空心阴极灯

- 1) 灯室采用具有自动切换功能的 8 灯座设计，其中 7 号和 8 号两个灯座可兼容高性能空心阴极灯。在灯登录画面中，可进行各灯使用时间的累计，有利于灯的寿命管理。



空心阴极灯灯架

灯号	元素	灯架	灯架	单位	开始	结束	备注	操作
1	Ca	1	1	小时				确定
2	Na	2	2	小时				取消
3	Na	3	3	小时				清除(C)
4	Na	4	4	小时				删除(D)
5	Na	5	5	小时				打印(P)
6	Na	6	6	小时				
7	Na	7	7	小时				
8	Na	8	8	小时				
9	Na	9	9	小时				
10	Na	10	10	小时				
11	Na	11	11	小时				
12	Na	12	12	小时				
13	Na	13	13	小时				
14	Na	14	14	小时				
15	Na	15	15	小时				
16	Na	16	16	小时				
17	Na	17	17	小时				
18	Na	18	18	小时				
19	Na	19	19	小时				
20	Na	20	20	小时				
21	Na	21	21	小时				
22	Na	22	22	小时				
23	Na	23	23	小时				
24	Na	24	24	小时				
25	Na	25	25	小时				
26	Na	26	26	小时				
27	Na	27	27	小时				
28	Na	28	28	小时				
29	Na	29	29	小时				
30	Na	30	30	小时				
31	Na	31	31	小时				
32	Na	32	32	小时				
33	Na	33	33	小时				
34	Na	34	34	小时				
35	Na	35	35	小时				
36	Na	36	36	小时				
37	Na	37	37	小时				
38	Na	38	38	小时				
39	Na	39	39	小时				
40	Na	40	40	小时				
41	Na	41	41	小时				
42	Na	42	42	小时				
43	Na	43	43	小时				
44	Na	44	44	小时				
45	Na	45	45	小时				
46	Na	46	46	小时				
47	Na	47	47	小时				
48	Na	48	48	小时				
49	Na	49	49	小时				
50	Na	50	50	小时				

灯历史记录功能

- 2) 主机内置高性能空心阴极灯电源，不需要额外外接电源装置。

#### ◆ 简单紧凑的外观设计

- 1) 双原子化系统配置仪器总宽度仅940 mm（包括石墨炉原子化器的电源单元），节省安装所需空间。
- 2) 火焰和石墨炉一体式自动进样器，一台自动进样器既可用于火焰分析，也可用于石墨炉分析。



一体式自动进样器：火焰测定时间（左）；石墨炉测定时间（右）

◆ 简洁易用的WizAArd软件

- 1) 按照“WizAArd” 设定提示，即使初学者也可轻松设定分析条件。



WizAArd软件的向导功能

- 2) 分析条件开发支援功能可以实现气体流量、燃烧头高度和石墨炉升温程序自动优化。
- 3) 通过追加WizAArd Agent连接组件和LabSolutions多数数据登录（选配件），可兼容FDA 21 CFR Part 11。根据需求选择单机版（LabSolutions DB）或网络版（LabSolutions CS）。

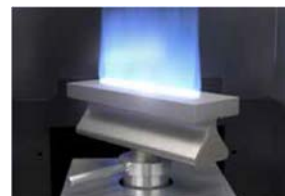
◆ 丰富多样的选配件



氢化物发生器HVG-100



冷汞发生器 MVU-100



带角度刻度燃烧头



高温燃烧器头



原子增压器



原子化马弗炉AMF-100

## 二、食品安全



“民以食为天，食以安为先”，然而近年来食品安全事件频频发生，广西思的村的“镉大米”，陕西华县的“癌症村”，重庆“毛发水”酱油，安徽云南等地的儿童血铅超标等都是已报道的著名食品重金属污染事件。食品中的重金属对人体产生的危害是缓慢且长期的，一旦进入人体后，代谢十分困难。如镉元素中毒会引起结缔组织损伤、生殖系统功能障碍、肾损伤、致畸和致癌；铬中毒会导致人体出现贫血、消化道出血以及黏膜溃疡等症状；汞元素食入后会直接沉入肝脏，对大脑视力神经破坏极大；铅会导致人体贫血，出现头痛、眩晕、乏力、困倦、便秘和肢体酸痛等，小孩铅中毒则出现发育迟缓、智力低下、食欲不振、行走不便和便秘、失眠等症状。因此食品中重金属的检测势在必行。

为了保证食品安全，保障公众身体健康和生命安全，国家制定了一系列检测标准，原子吸收分光光度计是常用的检测方法之一。本部分内容主要介绍了 AA-7800 在食品安全检测方面的部分应用，以供相关行业人员参考。

# 稀酸提取-石墨炉原子吸收法测试大米中镉和铅含量

**摘要:** 参考LS/T 6134-2018《粮油检验 粮食中镉的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法》、LS/T 6135-2018《粮油检验 粮食中铅的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法》，采用稀硝酸提取样品，使用岛津AA-7800原子吸收分光光度计石墨炉法测试了大米中镉和铅元素含量。分析结果显示，镉和铅的方法检出限为0.5 μg/kg和4.0 μg/kg，加标回收率为103.6%和94.2%。该方法可满足大米等粮食中镉、铅的快速检测。

**关键词:** 稀酸提取 石墨炉原子吸收 大米 镉 铅

镉和铅是威胁公共健康的化学物质之一，镉、铅及其化合物对人体的毒害作用已被广泛证实。重金属镉、铅在人体肝、肾等积累，造成人体脏器损伤、功能不全，引起慢性中毒、生理畸形、癌症等健康问题。大米是中国南方及东南亚等地区的主要粮食作物，但是大米和其他农作物相比，更容易富集土壤和灌溉水中的重金属，通过食物链危害人体安全，近些年爆发的镉大米事件成为公众关注的热点问题。

GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》规定了各类别食品中镉、铅、铬、砷、汞等重金属限量值，保障食品质量和人民身体健康。

石墨炉原子吸收具有原子化效率高、灵敏度高、运行成本低的特点，是痕量元素分析常用的方法，本文使用岛津原子吸收分光光度计 AA-7800、稀酸提取法测试大米中镉和铅元素含量。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计，微波消解仪。

### 1.2 仪器条件

AA-7800 原子吸收分光光度计工作条件见表 1。

表 1 AA-7800 工作条件

元素	镉 (Cd)	铅 (Pb)
波长 (nm)	228.8	283.3
石墨管类型	热解石墨管	热解石墨管
狭缝宽 (nm)	0.7	0.7
灯电流 (mA)	8	10
灰化(温度°C/时间 s)	700 / 33	700 / 33
原子化(温度°C/时间 s)	2000 / 3	2000 / 3
清洁(温度°C/时间 s)	2400 / 2	2500 / 2
进样量 (μL)	20	20
基体改性剂 (100 mg/L 硝酸钡)	5 μL	5 μL

## 2. 样品前处理

镉：准确称取经粉碎的大米 0.200 g 于 10 mL 离心管中，加入 5.0 mL 0.5%硝酸溶液，盖盖后涡旋充分混匀，3000 r/min 离心 10 min，取上清液待测。

铅：准确称取经粉碎的大米 0.200 g 于 10 mL 离心管中，加入 2.0 mL 5%硝酸溶液，盖盖后涡旋充分混匀 15 min，3000 r/min 离心 10 min；以纯水稀释上清液 4 倍后待测。

## 3. 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

以 1% HNO<sub>3</sub> 水溶液将镉、铅标准溶液分别稀释配制为 1 和 20 μg/L，使用自动进样器自动稀释标准序列，其中镉 (Cd) 0.1~1 μg/L，铅 (Pb) 5~20 μg/L。按照表 1 试验条件测定，标准曲线见图 1。

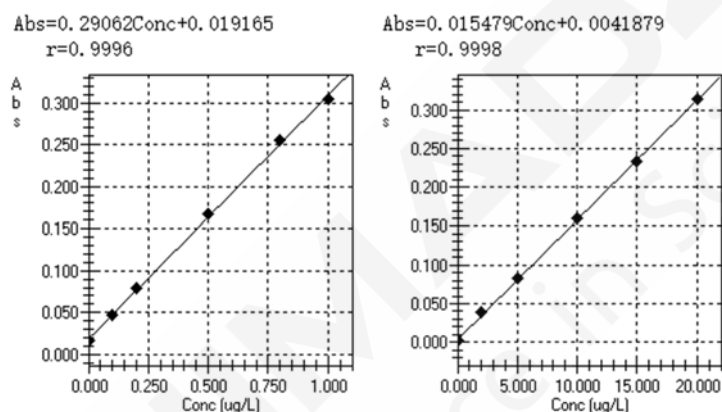


图 1 镉、铅标准曲线

按照实验方法，对样品空白溶液重复测定 7 次，根据空白吸收值的 3 倍标准偏差除以曲线斜率求得检出限，镉、铅元素方法检出限为 0.5 μg/kg 和 4.0 μg/kg。

表 2 镉 (Cd)、铅 (Pb) 检出限

元素	检出限 (μg/L)	方法检出限 (μg/kg)
镉 (Cd)	0.02	0.5
铅 (Pb)	0.10	4.0

### 3.2 样品结果

取前处理后的样品，按照表 1 条件上机测定，高浓度样品适当稀释后测定。样品测定结果见表 3，镉和铅元素加标回收率 103.6%和 94.2%。

表 3 大米中镉 (Cd)、铅 (Pb) 测定结果

样品	测试值 (μg/L)	RSD (%)	样品结果 (mg/kg)	加标量 (μg/L)	加标回收率 (%)	
大米 1	Cd	0.21	3.72	0.104	0.25	103.6
	Pb	2.13	3.16	0.085	2.00	94.2
大米 2	Cd	0.35	3.18	0.177	-	-
	Pb	0.46	1.60	0.019	-	-

#### 4. 结论

使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计，采用稀酸快速提取法测定了大米中镉和铅元素含量，镉、铅元素加标回收率为 103.6%和 94.2%，准确度良好。岛津原子吸收分光光度计具有稳定高通量高分辨三维光学系统、高灵敏度石墨炉专利技术，配备全中文 WizAArd 智能化软件，操作简单方便。该方法可以满足大米等粮食中重金属铅、镉的快速测定。



# AA-7800 石墨炉原子吸收法测定食品中镉、铬、铅元素含量

**摘要:** 参考标准GB 5009.12-2017《食品安全国家标准 食品中铅的测定》、GB 5009.15-2014《食品安全国家标准 食品中镉的测定》、GB 5009.123-2014《食品安全国家标准 食品中铬的测定》，采用硝酸和过氧化氢、微波消解食品样品，使用岛津AA-7800原子吸收分光光度计石墨炉法测试了食品中镉、铬和铅元素含量。分析结果表明镉、铬和铅的方法检出限为0.4~6.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定结果与食品标准物质标准值一致，准确度良好。该方法可满足食品中镉、铬、铅等有毒有害重金属的分析检测。

**关键词:** 石墨炉原子吸收 食品 镉 铬 铅

民以食为天，食以安为先。食品作为维持生命活动的必需品，是人类赖以生存和发展的物质基础。随着我国人口增加和社会经济快速发展，自然环境承受巨大压力，土壤、水和大气环境污染，化肥和农药施用等引发食品安全问题，近些年爆发的镉大米等重金属污染事件成为公众关注的热点问题。

镉、铅、铬等重金属由于毒性强、可蓄积，通过食物链传输进入人体引起慢性中毒、生理畸形、癌症等健康问题。GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》规定了各类别食品中镉、铅、铬、砷、汞等重金属限量值，保障食品质量和人民身体健康。

食品中镉、铬、铅等重金属元素含量通常较低，石墨炉原子吸收具有原子化效率高、灵敏度高、运行成本低的特点，是痕量元素分析常用的方法，本文使用岛津原子吸收分光光度计 AA-7800 测试食品中镉、铬、铅元素含量。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计，微波消解仪。

### 1.2 仪器条件

AA-7800 原子吸收分光光度计工作条件见表 1。

表 1 AA-7800 工作条件

元素	镉 (Cd)	铬 (Cr)	铅 (Pb)
波长 (nm)	228.8	357.9	283.3
石墨管类型	热解石墨管	热解石墨管	热解石墨管
狭缝宽 (nm)	0.7	0.7	0.7
灯电流 (mA)	8	10	10
灰化(温度 $^{\circ}\text{C}$ /时间 s)	700 / 33	800 / 33	700 / 33
原子化(温度 $^{\circ}\text{C}$ /时间 s)	2000 / 3	2300 / 3	2000 / 3
清洁(温度 $^{\circ}\text{C}$ /时间 s)	2400 / 2	2500 / 2	2500 / 2
进样量 ( $\mu\text{L}$ )	20	20	20

元素	镉 (Cd)	铬 (Cr)	铅 (Pb)
基体改性剂 (100 mg/L 硝酸钼)	5 $\mu$ L	-	5 $\mu$ L

## 2. 样品前处理

准确称取 0.5000 g 样品于聚四氟乙烯消解管中，加入 6 mL HNO<sub>3</sub> 和 2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，置于微波消解仪消解，升温程序见表 2。消解结束后将消解管放置在石墨消解炉上赶酸至近干，转移至 10 mL 离心管中，定容至 10 g。

表 2 微波消解升温程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间(min)	恒温时间(min)
1	120	5	5
2	150	5	5
3	190	5	20

## 3. 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

以 1% HNO<sub>3</sub> 水溶液将镉、铬、铅标准溶液分别稀释配制为 1、5、20  $\mu$ g/L，使用自动进样器自动稀释标准序列，其中镉 (Cd) 0.1~1  $\mu$ g/L，铬 (Cr) 0.5~5  $\mu$ g/L，铅 (Pb) 5~20  $\mu$ g/L。按照表 1 试验条件测定，标准曲线见图 1。

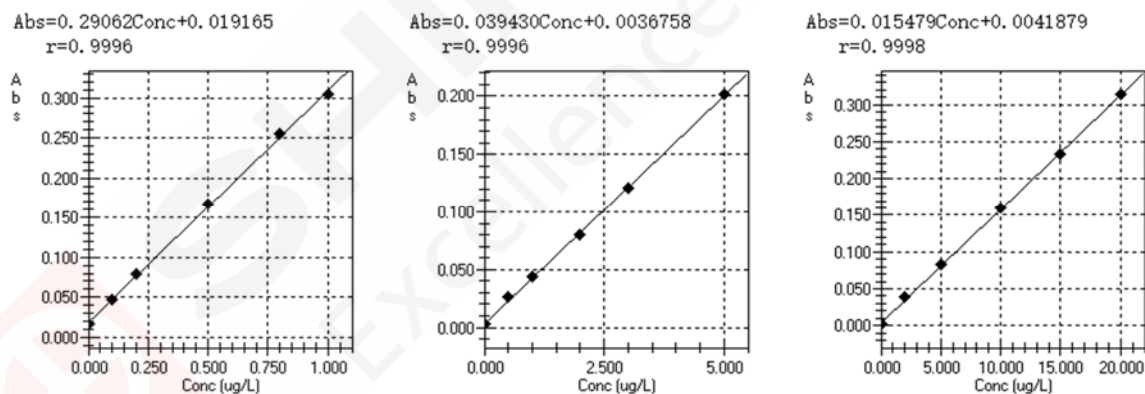


图 1 镉、铬、铅标准曲线

按照实验方法，对样品空白溶液重复测定 7 次，根据空白吸收值的 3 倍标准偏差除以曲线斜率求得检出限，以称取 0.5 g 样品定容至 10 mL 计算方法检出限，镉、铬和铅各元素检出限为 0.4~6.0  $\mu$ g/kg。

表 3 镉 (Cd)、铬 (Cr)、铅 (Pb) 检出限

元素	检出限 ( $\mu$ g/L)	方法检出限 ( $\mu$ g/kg)
镉 (Cd)	0.02	0.4
铬 (Cr)	0.30	6.0
铅 (Pb)	0.10	2.0

### 3.2 样品结果

取前处理后的样品，按照表 1 条件上机测定，高浓度适当稀释。样品测定结果见表 4~6，测定结果与标准值一致，准确度良好。

表 4 食品中镉 (Cd) 测定结果

样品	测试值 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%, n=2)	样品结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)
鸡肉 (GBW10018)	0.18	3.36	0.004	-
豆角 (GBW10021)	0.35	4.20	0.007	-
大米 (GBW(E)100348)	0.62	1.89	0.248	0.24 $\pm$ 0.01

表 5 食品中铬 (Cr) 测定结果

样品	测试值 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%, n=2)	样品结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)
鸡肉 (GBW10018)	2.92	3.28	0.570	0.59 $\pm$ 0.11
豆角 (GBW10021)	3.06	1.74	0.598	0.66 $\pm$ 0.08
大米 (GBW(E)100348)	3.74	2.72	0.059	0.064 $\pm$ 0.08

表 6 食品中铅 (Pb) 测定结果

样品	测试值 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%, n=2)	样品结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)
鸡肉 (GBW10018)	4.66	1.75	0.093	0.11 $\pm$ 0.02
豆角 (GBW10021)	16.9	2.11	0.677	0.66 $\pm$ 0.07
大米 (GBW(E)100348)	5.84	3.61	0.117	0.12 $\pm$ 0.02

### 4. 结论

使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计测定了食品中镉、铬和铅元素含量，样品测定结果准确性和重复性良好，满足食品中有毒有害重金属的分析测定。岛津原子吸收分光光度计具有稳定高通量高分辨三维光学系统、高灵敏度石墨炉专利技术，配备全中文 WizAArd 智能化软件，操作简单方便。

# 原子吸收法测定茶叶中的铜、铅、镉、砷和汞

**摘要:** 参考中国、美国以及欧盟的相关茶叶检测标准,使用原子吸收火焰法、石墨炉法、氢化物法和冷原子化法分别测量茶叶中的铜、铅、镉、砷、汞五种元素的含量,经测量茶叶标准品测定结果与标定值吻合,回收率符合要求。该方针对性强,定量准确,完全能满足测定要求。

**关键词:** AAS 氢化物 冷原子化 茶叶 重金属元素

茶叶是历史悠久营养丰富的天然饮料,全球饮茶的人数超过二十亿。随着中国加入世界贸易组织,各茶叶进口国对中国茶叶出口的“绿色壁垒”不断增多,茶叶的卫生质量问题直接关系到中国茶叶产业的前景。当前中国茶叶重金属超标问题已经成为继茶叶农药残留之后又一必须认真面对和研究的课题。本文参考国家标准 GB 2762-2005《食品中污染物限量》和其他关于茶叶的国外法规,使用微波消解法对茶叶样品前处理,采用原子吸收火焰法、石墨炉法、氢化物法和冷原子化法分别测量茶叶中的铜、铅、镉、砷、汞五种元素的含量,并对茶叶标准品 GBW10016 进行了方法验证。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

AA-7800 原子吸收分光光度计,氢化物发生器 HVG-1,冷汞发生器 MVU-1A

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品(30% 硝酸浸泡 24 小时);实验所用酸均为优级纯试剂,实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配置 Cu 标准溶液。点火,仪器稳定后,按表 1 仪器工作条件测量,标准曲线法计算结果。

表 1 Cu 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	8	1.80	15.0

配制 Pb 和 Cd 的标准溶液。添加 10 μL 的 30 mg/L 的硝酸钼为基体改进剂。仪器稳定后,按表 2 仪器工作条件测量,根据需要稀释样品,标准曲线法计算结果。

表 2 Pb、Cd 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	800	10	2000	3	2400	2
Cd	228.8	0.7	8	150	20	600	10	2100	3	2400	2

配置 As 标准溶液，使用碘化钾还原标液和样品。点火，调整 HVG 氢化物发生器进样速度，仪器稳定后，按表 3 仪器工作条件测量，标准曲线法计算结果。

表 3 氢化物法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
As	193.7	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	12	2.00	15.0

配置 Hg 标准溶液。调试 MVU 冷汞发生器，仪器稳定后，按表 4 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 4 冷原子法工作条件

元素	波长 (nm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	内循环流量 (L/min)
Hg	253.7	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	4	5.0

## 1.4 样品的前处理

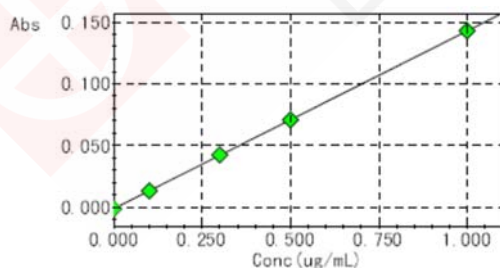
称取 0.50 g GBW10016 茶叶样品于聚四氟消解罐中，加入 6 mL 硝酸，放入微波消解仪中，设置 15 min 升至 200°C，并且 200°C 保持 10 min，冷却至 60°C 取出消解罐，转移至 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，电加热板 100°C 加热，蒸发至 1 mL 溶液时转移至 25 mL 容量瓶中，用超纯水定容至 25 mL，准备火焰法测量铜，石墨炉法测量铅和镉，氢化物法测量砷。

称取 0.50g GBW10016 茶叶样品于聚四氟消解罐中，加入 6 mL 硝酸，放入微波消解仪中，设置 15 min 升至 200°C，并且 200°C 保持 10 min，冷却至 60°C 取出消解罐，转移至 100 mL 容量瓶中，用超纯水定容至 100mL，准备冷原子化法测量汞。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线及方程式

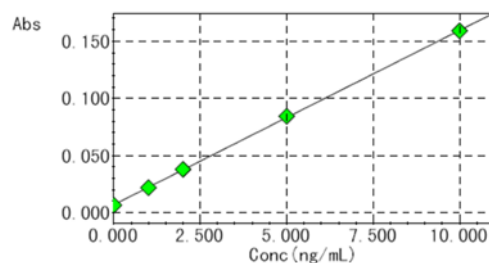
各元素的标准曲线及方程式如下：



$$\text{Abs} = 0.14379\text{Conc} - 0.00092134$$

$$r = 1.0000$$

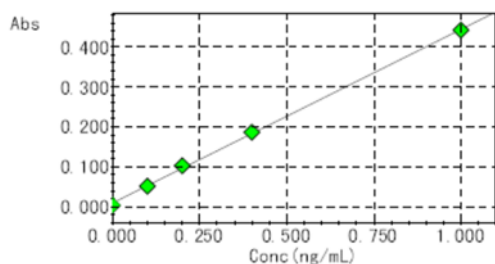
图 1 铜元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.015240\text{Conc} + 0.0071564$$

$$r = 0.9999$$

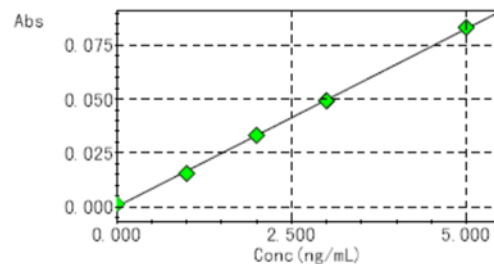
图 2 铅元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.43509\text{Conc} + 0.0091899$$

$$r = 0.9996$$

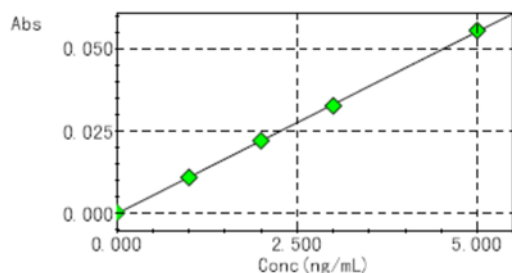
图 3 铜元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.016526\text{Conc} + 6.3514\text{e-}005$$

$$r = 0.9996$$

图 4 砷元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.011074\text{Conc} - 6.3514\text{e-}005$$

$$r = 0.9999$$

图 5 汞元素的标准曲线

## 2.2 加标回收实验

以某绿茶作为样品，研磨烘干，称量加标后以同样的方法进行样品前处理。加标回收率实验结果，请见表 5。

表 5 绿茶的加标回收率

测定元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Cu	269.30	400.00	651.80	95.6
Pb	2.66	1.00	3.60	94.0
Cd	0.54	0.20	0.33	105.0
As	1.53	2.00	3.60	103.5
Hg	0.23	1.00	1.27	104.0

## 2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 6。

表 6 各元素检出限

元素名称	Cu	Pb	Cd	As	Hg
检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	2.00	0.16	0.01	0.16	0.05

## 2.4 茶叶标准品测定结果及给定值

按实验方法对 GBW10016 茶叶样品进行分析，分析结果见表 7。

表 7 GBW10016 茶叶样品分析结果及给定值

元素名称	Cu ( $\mu\text{g/g}$ )	Pb ( $\mu\text{g/g}$ )	Cd ( $\text{ng/g}$ )	As ( $\text{ng/g}$ )
测定结果	17.93	1.63	58.85	96.00
GBW10016 茶叶标准值	$18.6 \pm 0.7$	$15.0 \pm 0.2$	$62 \pm 4$	$90 \pm 10$

注：Hg 给定值低于检出限。

## 3. 结论

本文参考 GB 2762-2005《食品中污染物限量》等中国、美国以及欧盟的茶叶检测限量标准，使用原子吸收火焰法、石墨炉法、氢化物法和冷原子化法分别测量茶叶中的铜、铅、镉、砷、汞五种元素的含量。实验结果表明，铜、铅、镉、砷、汞五种元素线性关系良好，加标回收率符合化学实验室方法要求，茶叶标准品 GBW10016 测定结果与标准值吻合，各元素的方法检出限良好。该方法快速高效，定量准确，完全能满足测定要求。

# 氢化物发生原子吸收光谱法测定饼干中的硒含量

**摘要:** 本文参考 GB 5009.93-2017 前处理方法对饼干样品进行消解, 使用氢化物发生原子吸收法测定了饼干样品中的硒含量。实验结果表明, 在 2.0~10.0  $\mu\text{g/L}$  范围内, 样品浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为 0.9996, 检出限为 0.13  $\mu\text{g/L}$ , 方法检出限为 0.0065mg/kg, 加标回收率为 97.4%。该方法操作简便、快速, 测试结果准确, 样品前处理简单, 可适用于饼干等食品样品中硒含量的测定。

**关键词:** 氢化物发生原子吸收法 饼干 硒

硒是人体必需的微量元素。中国营养学会也将硒列为人体必需的 15 种营养素之一。硒在人体内无法合成, 所以要满足人体对硒的需求, 就需要每天补充硒。按世界卫生组织要求: 人体膳食中每日最低需求量为 40 微克硒, 而营养补充在 50-250 微克硒为宜。除此之外, 硒还可以与其他的一些重金属元素有拮抗作用, 所以食用富硒食品既可以增强体质, 达到预防疾病的目的, 还可以预防人体重金属元素中毒。

GB 5009.93-2017《食品安全国家标准 食品中硒的测定》规定 Se 含量检测方法主要包括氢化物原子荧光光谱法、荧光分光光度法和电感耦合等离子体质谱法, 未涉及到氢化物发生原子吸收光谱法。

本文采用微波消解法对饼干样品进行前处理, 建立了氢化物原子吸收光谱法测定饼干中硒含量的方法。该方法操作简便、快速, 测试结果准确, 样品前处理简单, 可适用于饼干等食品样品中硒含量的测定。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收光谱仪, 岛津 HVG 氢化物发生器。

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿为塑料材质, 使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡24小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用。

实验所用HCl、HNO<sub>3</sub>、NaOH、NaBH<sub>4</sub> 和铁氰化钾均为优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器分析条件

仪器工作条件见表1。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	狭缝 (nm)	点灯方式	灯电流 (mA)
Se	196.0	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	0.7	BGC-D2	23

HVG 装置所用还原剂：称取 2.0 g 硼氢化钾和 2.5 g 氢氧化钠，用超纯水定容至 500 mL。

载流：5 mol/L HCl

## 2. 样品前处理

称取 0.5 g 饼干样品于微波消解罐中，加入 8 mL HNO<sub>3</sub>，加盖放置 1h 后，置于微波消解仪中消解，升温程序见表 2。冷却后取出消解罐，在电热板上于 120℃ 赶酸至近干，冷却后，转移至 25 mL 容量瓶中，依次加入 5 mL 浓度为 6 mol/L 的盐酸和 5 mL 浓度为 100 g/L 的铁氰化钾溶液，用超纯水定容至刻度线，摇匀，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

表 2 微波消解程序

	步骤	控制温度(°C)	升温时间(min)
消解程序	1	150	5
	2	220	20
	3	220	40

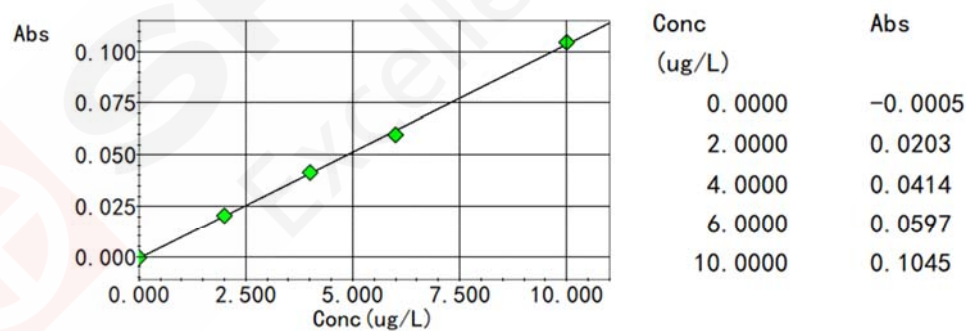
## 3 结果与讨论

### 3.1 标准曲线

配制硒的标准溶液，介质为 5% HCl 和 20 g/L 还原剂（铁氰化钾），标准溶液浓度见表 3。以测得的吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，硒的标准曲线见图 1。

表 3 标准溶液浓度 (μg/L)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Se	0.0	2.0	4.0	6.0	10.0



$$\text{Abs} = 0.010433\text{Conc} - 0.00082568$$

$$r = 0.9996$$

图 1 硒标准曲线

### 3.2 检出限

按照实验方法对样品空白溶液重复测定 11 次，取吸光度 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得硒元素的仪器检出限，并根据样品处理方法计算方法检出限，结果见表 4。硒元素仪器检出限和方法检出限分别 0.13 μg/L 和 0.0065 mg/kg。

表 4 硒元素检出限

元素	仪器检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限 ( $\text{mg/kg}$ )
Se	0.13	0.0065

### 3.3 样品测定结果

使用氢化物发生原子吸收法测定了饼干样品中的硒含量，同时进行加标回收试验，计算回收率，实验结果见表 5。硒元素的加标回收率为 97.4%，六次测试的相对标准偏差  $\text{RSD} < 3.0\%$ 。

表 5 饼干样品分析结果及加标回收率

元素	分析结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 ( $\text{mg/kg}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标测定量 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)	RSD/% ( $n=6$ )
Se	N.D.	N.D.	3.5	3.41	97.4	2.98

注：N.D.表示未检出

## 4. 结论

本文使用微波消解法处理饼干样品，建立了氢化物发生原子吸收法测试饼干样品中硒含量的方法。实验结果表明，在  $2.0 \sim 10.0 \mu\text{g/L}$  范围内，线性良好，相关系数为 0.9996，仪器检出限为  $0.13 \mu\text{g/L}$ ，方法检出限为  $0.0065 \text{ mg/kg}$ ，加标回收率为 97.4%，精密度良好 ( $\text{RSD} < 3.0\%$ )。该方法操作简便、快速，测试结果准确，样品前处理简单，可适用于饼干等食品样品中硒含量的测定。

### 三、环境化工



水、土壤、大气是生物体赖以生存的基础环境，是人类生存和发展的基本前提。随着社会经济的发展，环境污染问题也日趋严重。一方面，不合理的生产开发造成了大量污染物的排放，导致大气、土壤和水体的全面环境污染；另一方面，居民的生活也制造了越来越多的污染排放，汽车尾气以及生活垃圾的不适当处理进一步恶化了环境。环境中的重金属等有害元素通过食物链富集直接或间接影响人类的身体健康，重金属污染一直是亟待解决的环境问题之一。

此外，化工制品在生产过程中也会产生大量的废气、废水以及废渣，甚至会引入一定量的重金属污染。人们在日常的工作和生活中如果长期接触这些含有重金属的化工产品，身体也会受到重大的损害。

作为一种常见的元素检测设备，原子吸收分光光度计已成为各大实验室的必备仪器之一。本部分内容主要介绍了岛津 AA-7800 在环境化工行业检测方面的部分应用，以供相关行业人员参考。

# AA-7800 测定水样中钴元素含量

**摘要:** 本文参考HJ957-2018《水质 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》及HJ958-2018《水质 钴的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》，使用岛津AA-7800型原子吸收光谱仪建立了测定环境水样中钴元素含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好 ( $r > 0.9996$ )，测定结果准确，加标回收率在91.3~102.4%之间，重复性良好 ( $RSD < 0.88\%$ ,  $n=3$ )，适用于环境水样中Co元素含量的测定。

**关键词:** AA-7800 钴元素分析 环境水样

水是环境的重要组成要素，和大气、土壤、生物等环境要素之间经常互为外在条件，相互作用，相互影响。钴在天然水中常以水合氧化钴、碳酸钴的形式存在，或者沉淀在水底，或者被底质吸附，很少溶解于水中。钴 (Co) 是人体和植物所必需的微量元素之一，研究表明，钴对铁的代谢，血红蛋白的合成，细胞的发育成熟及成熟细胞的释放等均有重要的生理功能。但是过量的钴却能产生严重的中毒现象。水溶性钴盐的毒性较大，它可引起红细胞增多症、血清蛋白成分改变、损害胰腺等，对肺也有较大损害。分析环境水体中的钴元素含量对于生态的评价和人类健康都具有十分重要的意义。

原子吸收光谱法 (FAAS) 具有测定快速简便、精密度高、运行成本低等优点，是元素分析的有力工具。本文参考 HJ957-2018《水质 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》及 HJ958-2018《水质 钴的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》，使用岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪对环境水样中的钴元素含量进行测定，并进行方法学考察。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 AA-7800 原子吸收光谱仪。

### 1.2 仪器条件

表 1 火焰原子化条件参数

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Co	204.7	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.2	12	1.6	15.0

表 2 石墨炉原子化条件参数

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Co	240.7	0.2	12	120	20	800	10	2300	3	2500	2

## 2. 样品前处理

### 2.1 可溶性钴试样

取水样以0.4 μm水系滤膜过滤，取滤液摇匀待测。

### 2.2 总钴试样

量取50.0 mL总钴样品于烧杯中，加入2.5 mL硝酸，于电热板上加热消解，确保溶液不沸腾至5 mL左右再加入2.5 mL硝酸和1 mL高氯酸继续消解，至1 mL左右。冷却后转移至50 mL容量瓶中，用1%硝酸定容至刻度线，摇匀待测。

## 3. 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

使用 1%硝酸配制钴元素标准溶液，标准溶液浓度见表 3。

表 3 混合标准曲线各元素浓度

元素	原子化方式	浓度 (μg/L)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Co	火焰法	0	100	200	500	1000	3000
Co	石墨炉法	0	10	20	40	80	100

元素标准曲线见图 1 和图 2。

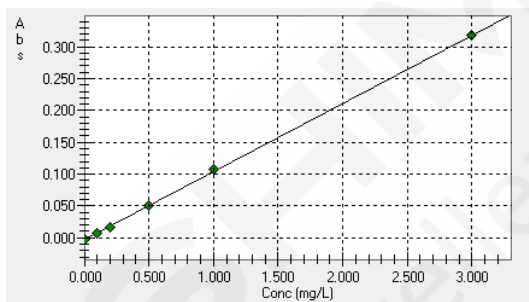


图 1 钴 (Co) 火焰法标准曲线 ( $r=0.9999$ )

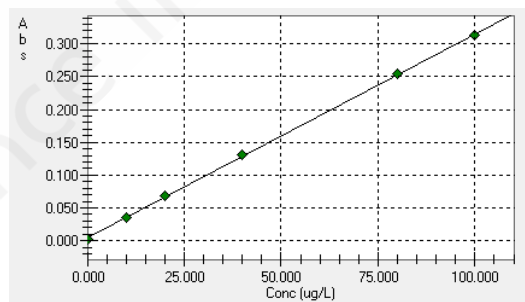


图 2 钴 (Co) 石墨炉法标准曲线 ( $r=0.9999$ )

使用样品空白溶液测定 7 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	原子化方式	方法检出限	标准检出限	方法定量限	标准定量限
Co	240.7	火焰法	0.006 mg/L	0.05 mg/L	0.019 mg/L	0.20 mg/L
Co	240.7	石墨炉法	0.097 μg/L	2.000 μg/L	0.323 μg/L	8.0 μg/L

### 3.2 火焰法测定污水样品结果

使用火焰法分别测定了污水中 Co 元素含量，并进行加标回收实验，测定结果见表 5。

表 5 污水中 Co 元素测定结果

元素	试样类型	测定浓度 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=3)
Co	溶解性 Co	0.27	0.40	95.6	0.84
	总 Co	1.02	0.50	91.3	0.85

### 3.3 石墨炉法测定地表水样品结果

使用石墨炉法分别测定了地表水中 Co 元素含量，并进行加标回收实验，测定结果见表 6。

表 6 地表水中 Co 元素测定结果

元素	试样类型	测定浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)	RSD (%, n=3)
Co	溶解性 Co	21.2	10.0	102.4	0.83
	总 Co	45.6	20.0	102.0	0.88

## 4. 结论

本文参考 HJ957-2018《水质 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》及 HJ958-2018《水质 钴的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》，使用岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪对水样中钴元素含量进行测定，该方法分析速度快，线性良好，测试准确度高，精密度好，满足水样中钴元素含量测定要求。

# 森林土壤中全钾、速效钾以及缓效钾的含量测定

**摘要：**本文参考中国林业行业标准LY/T 1234-2015《森林土壤钾的测定》，使用岛津AA-7800型原子吸收光谱仪建立了火焰法测定森林土壤中的全钾、速效钾以及缓效钾的含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好 ( $r>0.9998$ )，操作简单，检测限低，准确度高，可满足森林土壤中全钾、速效钾以及缓效钾含量的测定。

**关键词：**AA-7800 森林土壤 全钾 速效钾 缓效钾

森林土壤是森林生态系统的重要组成部分。森林中林木的正常生长，除需要阳光、温度和空气外，还需要通过根系从土壤中吸收其生命活动所需的养分、水分等。土壤中的钾元素是植物生命活动中一种极其重要的物质。植物通过根系从土壤中选择性地吸收土壤中的钾离子。当钾元素含量充足时，林木生长发育正常，植株健壮；而当钾含量缺少时，植物则生长发育不良，抗性减弱。因此，对森林土壤中钾含量的测试对于森林生态系统的评价具有十分重要的意义。

土壤中的钾有不同的形态并且总是处于相对转化的平衡状态中。全钾是指土壤中含有的全部钾元素，是土壤供钾潜力的指标，也是土壤风化度的一种反映；速效钾是指土壤中易被植物吸收利用的钾素，反映了土壤对植物的即时供钾水平；缓效钾不能直接供给植物钾素，但是，当土壤中速效钾的含量减少时，它可以逐步转化为速效钾给予补充。

本文参考中国林业行业标准 LY/T 1234-2015《森林土壤钾的测定》，采用酸溶法处理全钾样品，乙酸铵浸提法处理速效钾样品，硝酸煮沸法处理缓效钾样品，使用岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪建立了火焰法测定了森林土壤中的全钾、速效钾以及缓效钾的含量的方法。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪

### 1.2 仪器条件

表 1 AA-7800 工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
K	766.5	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	NON-BGC	0.7	10	2.0	15.0

## 2. 样品前处理

(1) 全钾：称取0.1g（精确至0.0001 g）土壤样品于聚四氟乙烯坩埚中，依次加入3.0 mL的硝酸、1.0 mL高氯酸和5.0 mL氢氟酸。盖上坩埚盖后置于电热板上，于通风橱中由130°C逐渐至高温200°C加热消化。加热时经常适当摇动坩埚，待冒出大量白色烟雾，继续加热至不再冒白烟。加入0.5 mL氢氟酸，去除白色残渣硅，再加入少许高氯酸，加热至近干。取下坩埚冷却，

加入10 mL 3 mol/L盐酸溶液，加热至残渣溶解，用去离子水转入100 mL容量瓶中定容。同法制备空白溶液。

(2) 速效钾：称取5.0 g（精确至0.0001 g）土壤样品于浸提瓶中，加入50 mL 1 mol/L的乙酸铵溶液，盖紧瓶塞，摇匀，振荡30 min后，立即过滤。同法制备空白溶液。

(3) 缓效钾：称取2.5 g（精确至0.0001 g）土壤样品于消煮管中，加入25 mL 1mol/L 硝酸溶液，在瓶口插入弯颈小漏斗，放入温度为130°C的油浴锅中煮沸10 min后，取下，稍微冷却后趁热过滤于100 mL容量瓶中，用0.1 mol/L硝酸溶液洗涤消煮管4次，每次15 mL，冷却后定容。同法制备空白溶液。

### 3. 结果与讨论

#### 3.1 标准曲线和检出限

以 2%硝酸溶液配制 0.00, 0.10, 0.30, 0.60, 0.80, 1.00 mg/L 钾 K 的标准溶液，用火焰法依次进样测定，得到 K 的标准工作曲线见下图 1。

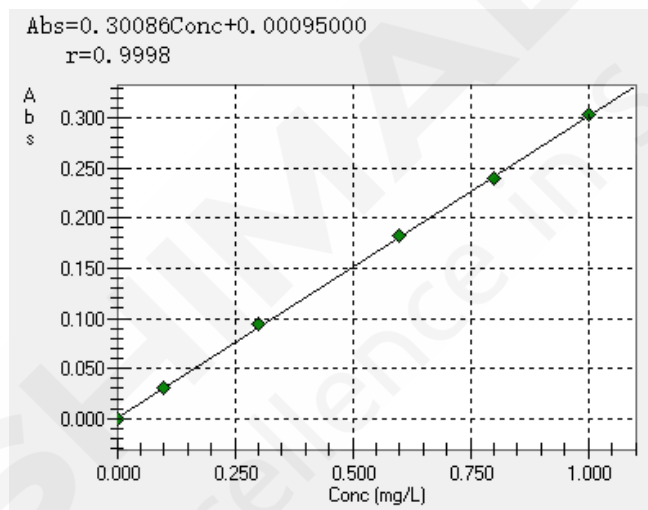


图 1 钾 (K) 标准曲线 ( $r=0.9998$ )

在 0~1.00 mg/L 浓度范围内，钾的浓度与吸光度呈现良好的线性关系，相关系数  $r=0.9998$ 。

按照实验方法，对样品空白溶液重复测试 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得检出限。全钾样品按照称样量 0.1000 g，定容体积 100 mL 计算方法检出限；速效钾样品按照称样量 5.0000 g，定容体积 50 mL 计算方法检出限；缓效钾样品按照称样量 2.5000 g，定容体积 100 mL 计算方法检出限，计算结果见表 2。

表 2 全钾、速效钾以及缓效钾的检出限

元素	方法检出限
全钾	3.5 mg/kg
速效钾	0.5 mg/kg
缓效钾	3.3 mg/kg

### 3.2 样品结果

分别将全钾样品稀释 50 倍、速效钾样品稀释 100 倍、缓效钾样品稀释 40 倍后,进行测试,测试结果见表 3。

表 3 土壤样品中全钾、速效钾以及缓效钾测定结果

元素	称量值 (g)	测试值 (mg/L)	样品结果 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标回收率 (%)
全钾	0.1011	0.57	$2.83 \times 10^4$	0.20	104.0
速效钾	4.9512	0.23	237	0.20	98.6
缓效钾	2.4761	0.36	351	0.20	101.0

### 4. 结论

使用岛津 AA-7800 原子吸收光谱仪分别对森林土壤样品中的全钾、速效钾以及缓效钾含量进行测定,该方法操作简单,线性良好,检测限低,准确度高,可满足森林土壤中全钾、速效钾以及缓效钾含量的测定。

# 二乙三胺五乙酸浸提-原子吸收法测定土壤有效态锌、锰、铁、铜的含量

**摘要:** 金属元素含量是土壤普查的主要指标之一, 本文参考标准 NY/T 890-2004 《土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的测定 二乙三胺五乙酸 (DTPA) 浸提法》, 使用岛津原子吸收 AA-7800 建立了 DTPA 浸提测定土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的方法。结果表明, 该方法检出限低, 测试重复性好, 加标回收率高, 满足土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的测定要求。

**关键词:** 原子吸收 土壤普查 有效态 DTPA

为全面掌握中国土壤资源情况, 国务院印发《关于开展第三次全国土壤普查的通知》, 决定自2022年起开展第三次全国土壤普查, 利用四年时间全面查清农用地土壤质量, 为土壤的科学分类、规划利用、改良培肥、保护管理等提供科学支撑。

金属元素是土壤普查的一项重要指标, 而有效态金属元素是指能被植物吸收利用的元素。与土壤中金属全量不同, 有效态更能反映土壤的肥力、活性及环境作用等。因此, 对土壤中金属元素有效态进行准确测定对于评价土壤质量具有重要意义。二乙三胺五乙酸-氯化钙-三乙醇胺 (DTPA-CaCl<sub>2</sub>-TEA) 缓冲液是常用的土壤有效态金属元素浸提剂, 浸提液使用原子吸收法进行定量测定, 可获得准确的元素有效态含量信息。

本文使用岛津AA-7800原子吸收分光光度计测定土壤有效态锌、锰、铁、铜的含量, 方法准确可靠, 可为土壤质量评价提供帮助。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津原子吸收分光光度计 AA-7800

### 1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 AA-7800 分析条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Zn	213.9	0.7	8	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	2.0	15.0
Mn	279.5	0.2	10	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	2.0	15.0
Fe	248.3	0.2	12	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	2.2	15.0
Cu	324.8	0.7	8	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	1.5	15.0

### 1.3 样品前处理

按照标准 NY/T 890-2004 配制浸提液并对土壤样品进行处理, 过程见下图 1 所示。

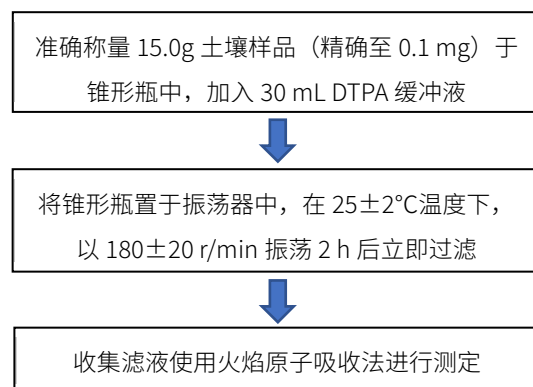


图 1 土壤有效态元素样品前处理过程

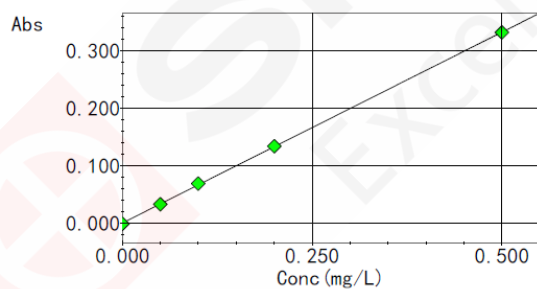
## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

使用 DTPA 缓冲液配制 Zn、Mn、Fe、Cu 元素标准溶液，浓度系列见下表 2，标准曲线见图 2~图 5 所示。

表 2 标准溶液浓度

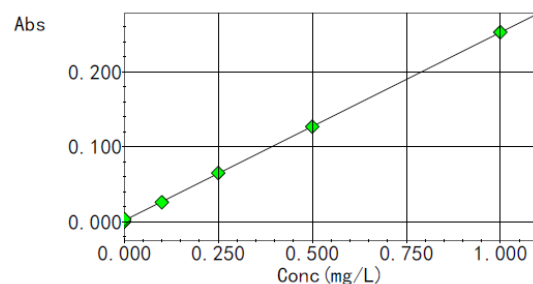
元素	浓度 (mg/L)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Zn	0	0.05	0.10	0.20	0.50
Mn	0	0.10	0.25	0.50	1.00
Fe	0	0.50	1.00	2.50	5.00
Cu	0	0.25	0.50	1.00	2.50



$$\text{Abs}=0.66377\text{Conc}+0.0010598$$

$$r=0.9999$$

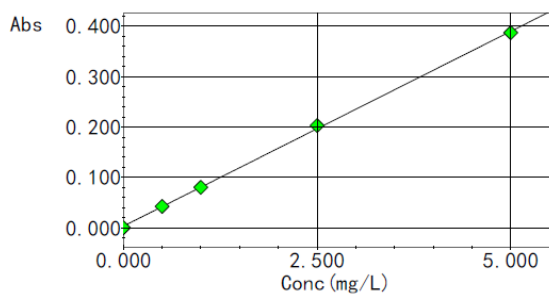
图 2 Zn 元素标准曲线



$$\text{Abs}=0.25064\text{Conc}+0.0017862$$

$$r=0.9999$$

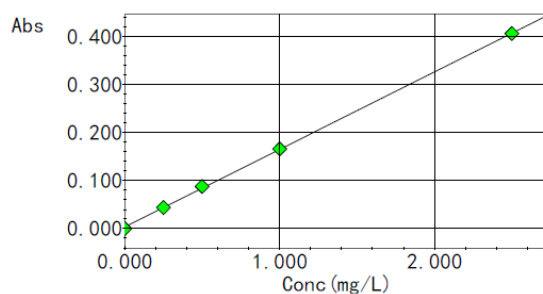
图 3 Mn 元素标准曲线



$$\text{Abs} = 0.077306\text{Conc} + 0.0035301$$

$$r = 0.9997$$

图 4 Fe 元素标准曲线



$$\text{Abs} = 0.16127\text{Conc} + 0.0036576$$

$$r = 0.9999$$

图 5 Cu 元素标准曲线

## 2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以样品空白吸光度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 除以标准曲线斜率计算检出限和定量限。按土壤样品称量 15.0 g，浸提剂 30 mL，计算方法检出限和定量限，结果见下表 3 所示。

表 3 方法检出限

元素	仪器检出限 (mg/L)	仪器定量限 (mg/L)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
Zn	0.002	0.006	0.004	0.012
Mn	0.004	0.012	0.008	0.024
Fe	0.023	0.078	0.046	0.156
Cu	0.006	0.019	0.012	0.038

## 2.3 样品分析结果

分别对某耕地和园地土壤样品进行测定，其有效态锌、锰、铁、铜的含量见表 4 所示。

表 4 土壤有效态元素含量

样品名称	测定元素	称量质量 (g)	浸提剂体积 (mL)	稀释倍数	测定浓度 (mg/L)	元素含量 (mg/kg)	RSD (%, n=3)
耕地土壤	Zn	15.0914	30.0	1	0.185	0.37	0.66
	Mn			50	0.351	34.9	0.57
	Fe			5	1.71	17.0	1.67
	Cu			1	0.628	1.25	0.10
园地土壤	Zn	15.0164	30.0	1	0.086	0.17	0.72
	Mn			50	0.359	35.9	0.45
	Fe			10	4.48	89.5	0.71
	Cu			1	0.150	0.30	0.62

## 2.4 加标回收率分析

对耕地土壤样品进行加标回收实验，回收率结果见表 5 所示。

表 5 加标回收结果

样品名称	测定元素	稀释倍数	测定浓度 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	加标测定浓度 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%, n=3)
耕地土壤	Zn	1	0.185	0.20	0.368	91.5	0.15
	Mn	50	0.351	0.50	0.818	93.4	0.07
	Fe	5	1.71	1.00	2.67	96.0	0.59
	Cu	1	0.628	0.50	1.12	98.4	0.81

## 3. 结论

本文利用岛津公司 AA-7800 原子吸收分光光度计，建立了测定土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的方法。结果显示：方法线性良好 ( $r \geq 0.9997$ )，方法检出限低 ( $MDL < 0.05 \text{ mg/kg}$ )，加标回收率高 (91.5%~98.4%)，测定精密度好 ( $RSD < 2.0\%$ )，满足土壤有效态元素含量测定要求，为第三次全国土壤普查提供帮助。

# AA-7800 测定土壤沉积物中铜、锌、铅、镍、及铬元素含量

**摘要:** 本文参考HJ491-2019《土壤和沉积物铜、锌、铅、镍、铬的测定火焰原子吸收分光光度法》，使用岛津AA-7800型原子吸收光谱仪建立了测定土壤沉积物中铜、锌、铅、镍及铬元素含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好 ( $r > 0.9996$ )，测定结果准确，重复性良好，适用于土壤中铜、锌、铅、镍及铬元素含量的测定。

**关键词:** AA-7800 元素分析 土壤及沉积物

土壤是环境的重要组成要素，和大气、水、生物等环境要素之间经常互为外在条件，相互作用，相互影响。土壤既能生长植物，为人类和其他动物提供食物，又是一切地上物（包括建筑）的载体，直接影响到农产食品的质量和人居环境的安全。金属进入土壤后，就很难在生物物质循环和能量交换过程中分解，更难从土壤中迁出，不仅会对土壤的生态结构和功能稳定性造成影响，还会对植物的生长产生不利影响，甚至会通过食物链对人体健康产生危害。分析土壤及沉积物中的金属元素含量对于生态的评价和人类健康都具有十分重要的意义。火焰原子吸收光谱法 (FAAS) 具有测定快速简便、精密度高、运行成本低等优点，是元素分析的有力工具。

本文参考 HJ491-2019《土壤和沉积物铜、锌、铅、镍、铬的测定火焰原子吸收分光光度法》，使用岛津原子吸收光谱仪 AA-7800 对土壤沉积物中的铜、锌、铅、镍、及铬元素含量进行测定，并进行方法学考察。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 AA-7800 原子吸收光谱仪。

### 1.2 仪器条件

表 1 FAAS 分析条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	8	1.8	15.0
Zn	213.9	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	8	2.0	15.0
Pb	283.3	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	10	2.0	15.0
Ni	232.0	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.2	12	1.6	15.0
Cr	357.9	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	10	2.8	15.0

## 2. 样品前处理

准确称取0.2 g (精确至0.0001 g) 样品于聚四氟乙烯坩埚中，用水润湿后加入10 mL盐酸，于通风橱内电热板加热，使样品初步分解，待消解液蒸发至剩余3 mL时，加入9 mL 硝酸，加盖加热至无明显颗粒，加入6 mL 氢氟酸，开盖，于120°C加热飞硅30 min，稍冷加入1 mL高氯

酸，于170°C加热至冒白烟，加热时应经常摇动坩埚。若坩埚壁上有黑色碳化物，加入1 mL高氯酸，加盖继续加热至黑色碳化物消失，再开盖，加热赶酸至内容物呈不流动液珠状，加入3 mL硝酸溶液，温热溶解可溶性残渣，全量转移至 50 mL容量瓶中，用1%硝酸溶液定容至刻度线，摇匀待测。

### 3. 结果与讨论

#### 3.1 标准曲线和检出限

使用 1%硝酸分别配制各元素标准溶液，标准溶液浓度见表 2。

表 2 各元素浓度

元素	浓度 (mg/L)						
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
Cu	0	0.10	0.20	0.50	1.00	3.00	--
Zn	0	0.10	0.20	0.50	--	--	--
Pb	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00	10.0
Ni	0	0.10	0.20	0.50	1.00	3.00	--
Cr	0	0.10	0.20	0.50	1.00	--	--

各元素标准曲线见图 1~图 5。

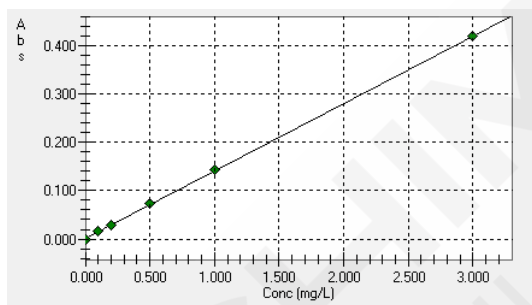


图 1 铜 (Cu) 标准曲线 ( $r=0.9999$ )

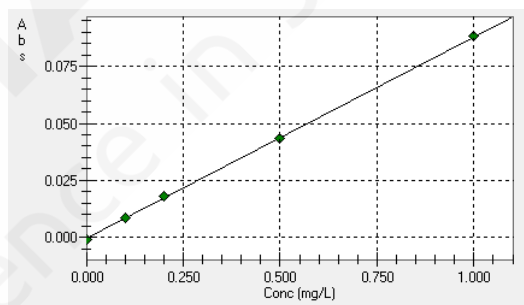


图 2 铬 (Cr) 标准曲线 ( $r=0.9999$ )

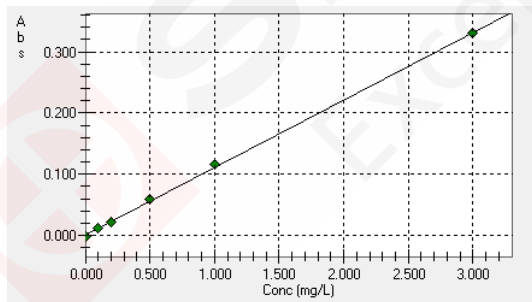


图 3 镍 (Ni) 标准曲线 ( $r=0.9998$ )

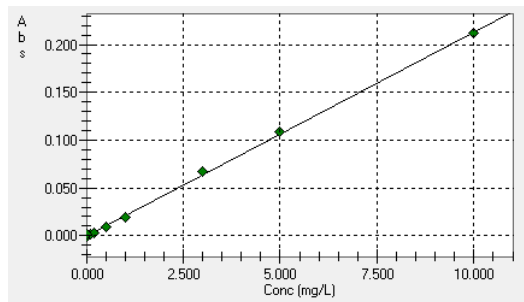


图 4 铅 (Pb) 标准曲线( $r=0.9997$ )

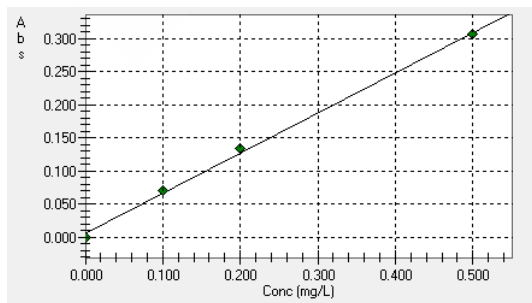


图 5 锌 (Zn) 标准曲线 ( $r=0.9991$ )

使用样品空白溶液测定 7 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按照样品称样量 0.2000 g，定容体积 25 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 3。

表 3 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	原子化方式	方法检出限 (mg/kg)	标准检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	标准定量限 (mg/kg)
Cu	324.8	火焰	0.53	1.00	1.77	4.00
Zn	213.9	火焰	0.07	1.00	0.23	4.00
Pb	283.3	火焰	3.52	10.00	11.74	40.00
Ni	232.0	火焰	1.37	3.00	4.57	12.00
Cr	357.9	火焰	1.28	4.00	4.27	16.00

### 3.2 样品结果

对消解后的土壤标准物质 GSS-3A 进行测定，测定结果见表 4。

表 4 GSS-3A 土壤标准物质中多元素测定结果

元素	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	RSD (%, n=3)
Cu	0.05	11.96	11.4±1.6	1.59
Zn	0.14	34.89	31±4	0.11
Pb	0.11	26.47	26±4	6.73
Ni	0.05	12.85	12±27	5.16
Cr	0.14	35.57	32±6	0.47

### 4. 结论

使用岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪对土壤沉积物中铜、锌、铅、镍、及铬元素含量进行测定，该方法线性良好，测试准确度高，精密度好，满足土壤沉积物中铜、锌、铅、镍、及铬元素含量测定要求。

# 原子吸收光谱法测定土壤沉积物中的钴、铊及六价铬含量

**摘要:** 参考中华人民共和国国家环境保护标准 HJ 1080-2019《土壤和沉积物 铊的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》、HJ 1081-2019《土壤和沉积物 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》以及 HJ 1082-2019《土壤和沉积物 六价铬的测定 碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法》使用岛津 AA-7800 测定了土壤中的钴、六价铬及铊的含量。实验通过六价铬加标回收实验及测定土壤标准物质中 Co、Tl 元素完成了方法验证, 结果表明, 六价铬的加标回收率为 103.8%。钴、铊两种元素测定结果与标准值吻合。该方法线性关系好, 检出限低, 测量简便快速、准确, 适合土壤沉积物样品中六价铬、钴和铊元素含量的测定。

**关键词:** 土壤沉积物 原子吸收 钴 六价铬 铊

近年来, 土壤环境污染尤其是土壤重金属的污染问题日益成为全社会关注的焦点, 对耕地土壤环境质量尤其是重金属含量的调查已成为目前非常重要的工作。2019 年 12 月 31 日, 生态环境部首次发布了中华人民共和国国家环境保护标准 HJ 1080-2019《土壤和沉积物 铊的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》、HJ 1081-2019《土壤和沉积物 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》以及 HJ 1082-2019《土壤和沉积物 六价铬的测定 碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法》明确了土壤沉积物中钴、铊及六价铬的含量的分析方法。

本文参考标准 HJ 1080-2019《土壤和沉积物 铊的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》、HJ 1081-2019《土壤和沉积物 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》以及 HJ 1082-2019《土壤和沉积物 六价铬的测定 碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法》, 采用湿法消解处理样品, 使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计检测了土壤中的钴、铊及六价铬的含量。

## 1. 实验部分

### 1.1 实验仪器

岛津原子吸收分光光度计 AA-7800

### 1.2 仪器条件和参数

按照表 1 和表 2 条件, 设置仪器工作参数。

表 1 火焰分析工作条件

元素	波长 (nm)	原子化类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cr	357.7	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	10	3.5	15.0
Co	240.7	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.2	12	1.6	15.0

表 2 石墨炉分析工作条件

元素	波长 nm	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清除	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Tl	276.8	0.7	6	120	20	400	10	2500	3	2500	2

注: 1、进样量为 20 μL, 未使用基体改进剂, 使用平台石墨管。

## 2.3 样品的前处理

### 2.3.1 六价铬的测定

磷酸盐缓冲液的配制：称取 87.1 g  $K_2HPO_4$  和 68.0 g  $KH_2PO_4$  溶于水中，稀释定容至 1 L。

碱性提取溶液的配制：称取 30 g  $Na_2CO_3$  与 20 g  $NaOH$  溶于水中，稀释定容至 1 L，贮存在密封聚乙烯瓶中。

准确称取 5.0 g（精确至 0.01 g）样品置于 250 mL 烧杯中，加入 50.0 mL 碱性提取溶液，再加入 400 mg  $MgCl_2$  和 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液。放入搅拌子，用聚乙烯薄膜封口，置于搅拌加热装置上。常温下搅拌样品 5 min 后，开启加热装置，加热搅拌至  $90^{\circ}C \sim 95^{\circ}C$ ，保持 60 min。取下烧杯，冷却至室温。用滤膜抽滤，将滤液置于 250 mL 的烧杯中，用浓  $HNO_3$  调节溶液的 pH 值至  $7.5 \pm 0.5$ 。将此溶液转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，待测。

### 2.3.2 钴的测定

称取 0.5 g（精确至 0.1 mg）样品，置于聚四氟乙烯烧杯或坩埚内，加 2~3 滴水润湿后，先后加入 2 mL  $HCl$ 、10 mL  $HNO_3$ 、2 mL  $HF$  和 1 mL  $HClO_4$ ， $180^{\circ}C$  加盖消解约 1 h，揭盖飞硅、赶酸，温度控制在  $210^{\circ}C$  以内，蒸至近干。取下聚四氟乙烯烧杯或坩埚稍冷，加入 0.5 mL  $HNO_3$ ，温热溶解可溶性残渣，冷却后全量转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，静置，取上清液待测。

### 2.3.3 铊的测定

准确称取 0.2 g（精确至 0.1 mg）样品置于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中，加 2~3 滴水湿润试样后加 10 mL  $HNO_3$ 、3 mL  $HF$ ， $160 \sim 180^{\circ}C$  加盖消解至无明显黑色物质。 $180^{\circ}C$  开盖赶酸，蒸至近干。取下坩埚稍冷，加入 0.5 mL  $HNO_3$ ，温热溶解可溶性残渣，冷却后转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀静置，取上清液待测。

## 3. 结果与讨论

### 3.1 标准曲线的绘制

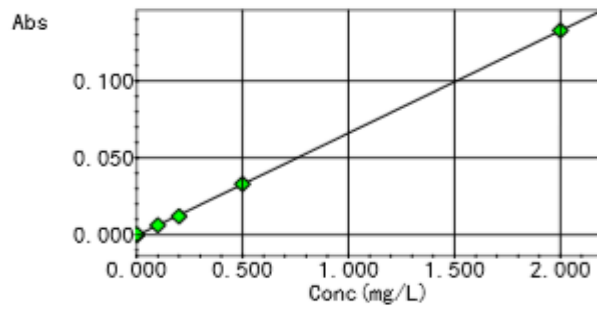
参考标准方法配制标准溶液，各元素工作曲线溶液浓度见表 3。

表 3 各元素标准曲线浓度

元素	单位	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cr(VI)	mg/L	0	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0
Co	mg/L	0	0.1	0.25	0.5	1.0	3.0
Tl	$\mu g/L$	0	5	10	15	20	25

#### 3.1.1 六价铬标准曲线

使用六价铬标准使用液按照样品制备步骤制备工作曲线溶液。以空白试样调仪器零点，按浓度由低到高顺序依次测定其吸光度。以六价铬浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，建立工作曲线（图 1）。



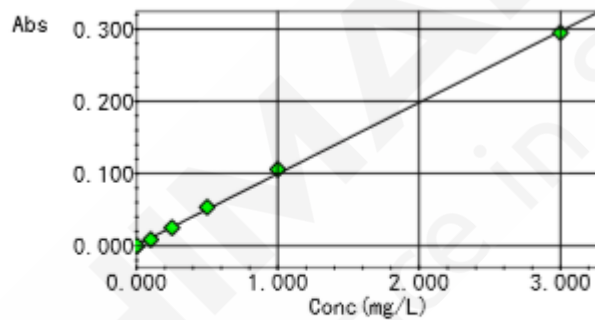
$$\text{Abs} = 0.066500\text{Conc} - 0.00035000$$

$$r = 0.9999$$

图 1 Cr(VI)标准曲线

### 3.1.2 钴标准曲线

使用 1% HNO<sub>3</sub> 溶液 (v/v) 配制不同浓度的钴标准溶液。按仪器测量条件由低到高质量浓度顺序测定标准溶液的吸光度。以钴标准系列质量浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，建立标准曲线 (图 2)。



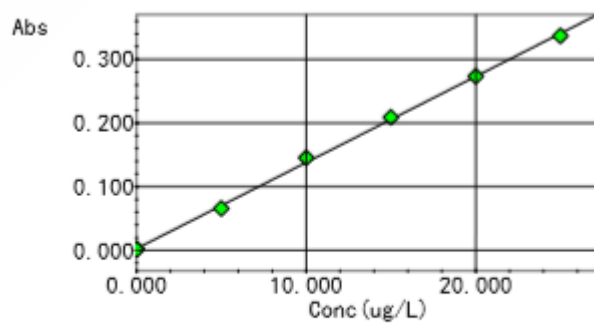
$$\text{Abs} = 0.098626\text{Conc} + 0.0013377$$

$$r = 0.9996$$

图 2 Co 标准曲线

### 3.1.3 铊标准曲线

使用 1% HNO<sub>3</sub> 配制浓度为 25.0 μg/L 的 Tl 元素标准使用液，由自动进样器自动稀释完成系列浓度标准曲线的绘制 (图 3)。



$$\text{Abs} = 0.013522\text{Conc} + 0.0027813$$

$$r = 0.9995$$

图 3 Tl 标准曲线 (未使用基体改进剂)

### 3.2 方法检测限

按照实验方法，对样品空白溶液重复测定 11 次，以 3 倍的吸光度标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素检出限，按各方法称样量计算方法检出限，计算结果见表 4。

表 4 检出限和测定下限

元素	仪器检出限	方法检出限	方法定量下限	标准要求方法检出限	标准要求方法定量下限
Cr(VI)	0.010 mg/L	0.2 mg/kg	0.67 mg/kg	0.5 mg/kg	2 mg/kg
Co	0.018 mg/L	1.83 mg/kg	6.1 mg/kg	2 mg/kg	8 mg/kg
Tl	0.133 $\mu$ g/L	0.013 mg/kg	0.044 mg/kg	0.1 mg/kg	0.4 mg/kg

### 3.3 样品测定结果

对土壤样本进行分析，测定结果见表 5~表 7。

表 5 六价铬测定结果

测试元素	样品名称	测定浓度 (mg/L)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%，n=3)
Cr(VI)	未知土样	ND	ND	0.1	103.8	0.83

表 6 钴元素测定结果

测试元素	样品名称	测定浓度 (mg/L)	样品含量 (mg/kg)	GSS-4 标准值 (mg/kg)	RSD (%，n=3)
Co	GSS-4	0.21	21.35	22 $\pm$ 3	1.44

表 7 铊元素测定结果

测试元素	样品名称	测定浓度 ( $\mu$ g/L)	样品含量 (mg/kg)	GSS-6 标准值 (mg/kg)	RSD (%，n=3)
Tl	GSS-6	9.87	2.47	2.4 $\pm$ 0.5	3.06

## 4. 结论

参考中华人民共和国国家环境保护标准 HJ 1080-2019《土壤和沉积物 铊的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》、HJ 1081-2019《土壤和沉积物 钴的测定 火焰原子吸收分光光度法》以及 HJ 1082-2019《土壤和沉积物 六价铬的测定 碱溶液提取-火焰原子吸收分光光度法》使用岛津 AA-7800 测定了土壤中的钴、六价铬及铊的含量。实验通过六价铬加标回收实验及测定标准土壤物质中 Co、Tl 元素完成了方法验证，结果表明，六价铬的加标回收率为 103.8%。钴、铊两种元素测定结果与标准值吻合。该方法线性关系好 ( $r > 0.9995$ )，方法检出限低标准要求方法检出限，测量简便快速、准确，适合土壤沉积物样品中六价铬、钴和铊元素含量的测定。

# AA-7800 测定工作场所空气中砷及其无机化合物

**摘要:** 本文参考GBZ/T 300.47-2017《工作场所空气有毒物质测定 第47部分: 砷及其无机化合物》, 使用岛津HVG-100氢化物发生器、岛津AA-7800型原子吸收光谱仪建立了测定空气中砷元素含量的方法。实验结果表明, 该方法标准曲线线性良好 ( $r>0.9996$ ), 测定结果准确, 加标回收率在101.9~103.6%之间, 重复性良好 ( $RSD<4.42\%$ ,  $n=3$ ), 适用于工作场所空气中砷及其无机化合物的测定。

**关键词:** AA-7800 HVG-100 砷元素分析 工作场所空气

吸入受污染的空气可导致呼吸器官和整个身体受到长期损害。尤其是在一些特定的工作场所, 空气质量差, 空气中的有毒有害物质含量较高, 长期积累会对工作人员身体健康造成巨大危害。

砷及其化合物具有毒性, 所以当人体砷摄入量过多时, 就会造成砷中毒。过量的砷会干扰细胞的正常代谢, 影响呼吸和氧化过程, 使细胞发生病变。砷还可直接损伤小动脉和毛细血管壁, 并作用于血管舒缩中枢, 导致血管渗透性增加, 引起血容量降低, 加重脏器损害。三氧化二砷和三氧化砷对眼、上呼吸道和皮肤均有刺激作用。因此分析工作场所空气中的砷及其化合物含量对于工作环境的评价和工作人员健康都具有十分重要的意义。

氢化物发生原子吸收法测量微量砷具有测定快速简便、精密度高、运行成本低、抗干扰能力强等优点, 是砷元素分析的有力工具。

本文参考 GBZ/T 300.47-2017《工作场所空气有毒物质测定 第 47 部分: 砷及其无机化合物》, 使用岛津 HVG-100 氢化物发生器、岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪建立了测定空气中砷元素含量的方法, 并进行方法学考察。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 HVG-100 氢化物发生器, 岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪。

### 1.2 仪器条件

表 1 火焰原子化条件参数

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
As	193.7	空气-乙炔	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	12	1.6	15.0

### 1.3 试剂

实验用水为去离子水, 用酸为优级纯。

浸渍液: 9.5 g 碳酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 5 mL 丙三醇, 摇匀。

消解液: 1 体积高氯酸 ( $\rho_{20}=1.67$  g/mL) 与 9 体积硝酸 ( $\rho_{20}=1.42$  g/mL) 混合。

盐酸溶液，5%（体积分数）。

预还原剂溶液：40 g 碘化钾和 3 g 抗坏血酸溶于盐酸溶液中，稀释至 100 mL。

硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：1 g 硼氢化钾（或硼氢化钠）和 0.5 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 100 mL。

标准溶液：临用前，用水稀释国家认可的标准溶液成 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  砷标准应用液。

## 2. 样品前处理

现场采样按照 GBZ 159 执行。

短时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的大采样夹，以 3.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。

长时间采样：在采样点，用装好浸渍滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。

将采过样的将浸渍滤膜放入烧杯中，加入 2 mL 消解液，盖好表面皿，在控温电热器上 190°C 左右消解至溶液近干，取下稍冷，用盐酸溶液定量转移入具塞刻度试管中，稀释至 25.0 mL，摇匀。取 5.0 mL 样品溶液于另一具塞刻度试管中，加 5 mL 预还原剂溶液，和 15 mL 盐酸溶液，摇匀，供测定。

## 3. 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

工作曲线的制备：取 6 支烧杯，各放入一张浸渍滤膜，分别加入 0 mL~0.25 mL 标准应用液，各加入 2 mL 消解液，按样品处理操作，制成 25.0 mL 样品溶液，为 0.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.010  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围的砷标准系列。取 5.0 mL 此溶液于另一具塞刻度试管中，加 5 mL 预还原剂溶液，和 15 mL 盐酸溶液，摇匀。

表 2 混合标准曲线各元素浓度

元素	浓度 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ )					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	0	1.0	2.5	5.0	7.5	10.0

元素标准曲线见图 1。

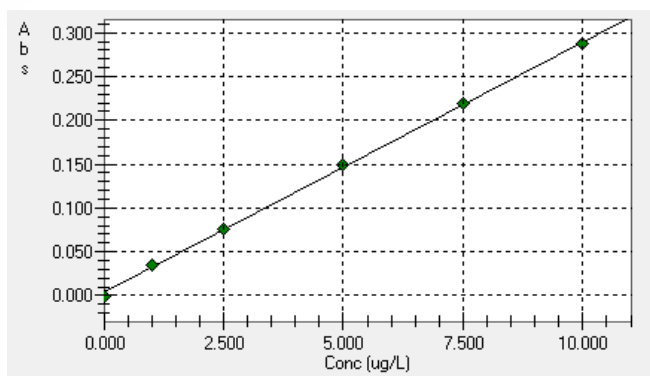


图 1 砷 (As) 标准曲线 ( $r=0.9996$ )

使用样品空白溶液测定 7 次,以 1 L/min 流量采集 2 h 计算得到该方法的检出限和定量限,结果见表 3。

表 3 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	方法检出限 (mg/m <sup>3</sup> )	方法定量限 (mg/m <sup>3</sup> )
As	193.7	2.19×10 <sup>-6</sup>	7.30×10 <sup>-6</sup>

### 3.2 样品测试结果

使用氢化物发生原子吸收法测定了实际样品中 As 元素含量,并进行加标回收实验,测定结果见表 4。

表 4 实际样品中 As 元素测定结果

元素	样品名称	测定浓度 (μg/L)	空气中 As 及无 机化合物含量 (mg/m <sup>3</sup> )	加标浓度 (μg/L)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=3)
As	试样 1#	N.D.	N.D.	2.50	103.6	2.70
	试样 2#	0.96	0.0002	2.50	101.8	4.42

注: N.D.表示未检出

## 4. 结论

本文参考 GBZ/T 300.47-2017 《工作场所空气有毒物质测定 第 47 部分: 砷及其无机化合物》,使用岛津 HVG-100 氢化物发生器、岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪建立了测定空气中砷元素含量的方法,并进行方法学考察。该方法具有分析速度快线性良好,测试准确度高,精密度好,满足工作场所中砷及其无机化合物含量测定要求。

# 火焰法测定橡胶制品中的铜、锰、铁、锌、铅和镉含量

**摘要:** 参考 ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009 等相关标准, 使用火焰原子吸收法测定了橡胶制品中 Cu、Mn、Fe、Zn、Pb 和 Cd 这 6 种元素的含量。实验表明: 该方法所得各元素标准曲线线性关系良好, 检出限低, 回收率高, 适合橡胶和橡胶制品中 6 种元素含量的测定。

**关键词:** 橡胶制品 原子吸收 铜 锰 铁 锌 铅 镉

橡胶可分为天然橡胶和合成橡胶, 是一种具有弹性、不透水和空气的高分子材料。橡胶及其制品广泛应用于工业和人类日常生活的各个方面, 如: 制作胶带、胶管、胶鞋、轮胎、密封件、减震零件等。

关于橡胶中金属元素的检测, 相关的标准有 ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009 等。在这些标准中, 推荐的样品前处理方法主要有干式灰化法、微波消解法、湿法消解等, 本文参照这些标准, 采用微波消解的前处理方法, 使用火焰原子吸收分光光度法检测了橡胶制品中 Cu、Mn、Fe、Zn、Pb 和 Cd 的含量。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器 (30% 硝酸浸泡 24 小时); 实验所用硝酸为优级纯试剂, 过氧化氢为分析纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 6 种元素的一系列标准溶液, 开机待仪器稳定后, 按表 1 中的仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Mn	279.5	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.2	10	2.0	15.0
Fe	248.3	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	9	BGC-D2	0.4	12	2.2	15.0
Zn	213.9	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	2.0	15.0
Pb	283.3	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	10	2.0	15.0
Cd	228.8	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0

### 1.4 样品前处理

用剪刀将样品剪碎成尺寸小于 2 mm×2 mm 的小碎片, 称取 0.2 g 样品置于聚四氟乙烯消

解罐内，加入 5 ml 浓硝酸和 2 ml 30%过氧化氢。将消解罐置于微波消解仪内，依照表 2 中的升温程序逐步升温消解。消解完毕，待消解液温度降至 50 °C 以后，取出消解罐，将罐内液体转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧杯内，以少量水多次冲洗消解罐并转移冲洗液至聚四氟乙烯烧杯内。

将烧杯置于加热板上，于 120 °C 的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1%硝酸定容于 25 mL 容量瓶内，过滤残渣，分析时稀释相应倍数检测各元素。

除不称取样品外，按照上诉同样步骤做空白实验。

表 2 微波消解升温程序

步骤	时间(min)	温度(°C)
升温 1	5	140
恒温 2	2	140
升温 3	5	210
恒温 4	15	210

注：此升温程序参照标准 SN/T 2267-2009

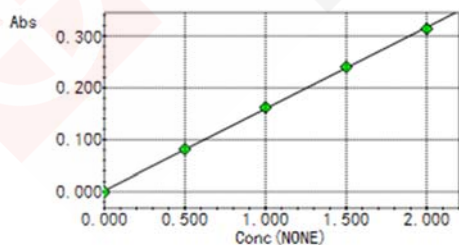
## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

依照表 3 中所述，配制 6 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

表 3 各元素标准曲线浓度

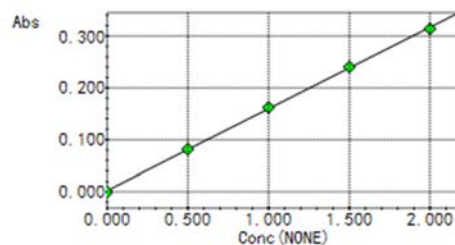
元素	浓度(mg/L)				
Cu	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Mn	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Fe	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Zn	0	0.2	0.5	0.8	1.0
Pb	0	2.0	4.0	6.0	10.0
Cd	0	0.2	0.4	0.6	0.8



$$\text{Abs} = 0.15744\text{Conc} + 0.002240$$

$$r = 0.9998$$

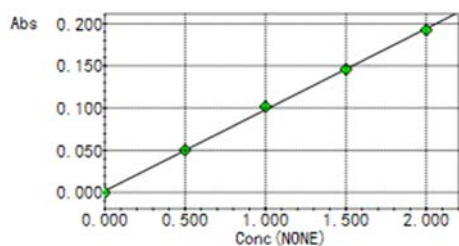
图 1 Cu 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.15744\text{Conc} + 0.002240$$

$$r = 0.9998$$

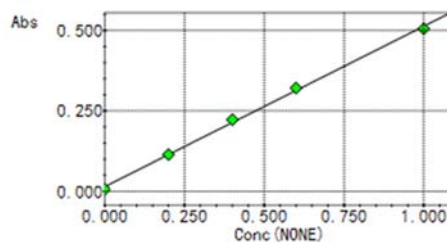
图 2 Mn 标准曲线



$$\text{Abs}=0.096040\text{Conc}+0.0021000$$

$$r=0.9996$$

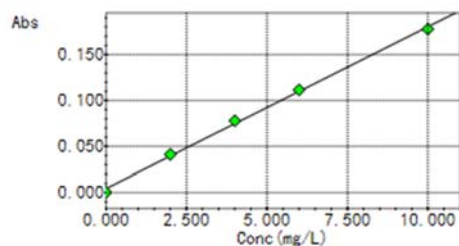
图 3 Fe 标准曲线



$$\text{Abs}=0.49879\text{Conc}+0.014712$$

$$r=0.9991$$

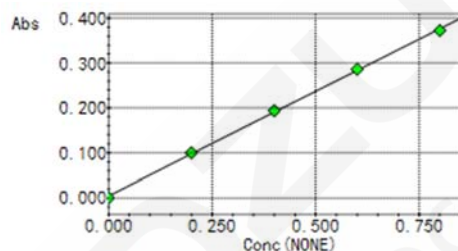
图 4 Zn 标准曲线



$$\text{Abs}=0.017606\text{Conc}+0.0041932$$

$$r=0.9990$$

图 5 Pb 标准曲线



$$\text{Abs}=0.46530\text{Conc}+0.0044200$$

$$r=0.9997$$

图 6 Cd 标准曲线

在各自的浓度范围内，6 种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9990\sim 0.9998$ 。

## 2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定11次，根据3倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表4所示：

表 4 各元素检出限

元素	Cu	Mn	Fe	Zn	Pb	Cd
检出限(mg/L)	0.008	0.007	0.019	0.005	0.051	0.003

## 2.3 样品测定结果

以剪碎成细小颗粒的自行车内胎为检测样品，微波消解定容后稀释一定倍数检测，得样品中 6 种元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 5 样品中各元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量 (mg/kg)	加标量(mg/kg)	检测含量 (mg/kg)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=5)
Cu	87.30	100	183.13	95.8	0.79
Mn	17.57	20	37.58	100.1	0.57
Fe	1161.63	500	1587.23	85.1	0.45
Zn	22001.70	5000	26262.01	85.2	0.71
Pb	29.16	25	56.85	110.8	4.10
Cd	N.D.	25	25.09	100.4	0.66

注：N.D.表示未检出

### 3. 结论

参考 ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009 等相关标准，使用火焰原子吸收法测定了橡胶制品中 Cu、Mn、Fe、Zn、Pb 和 Cd 这 6 种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数  $r=0.9990\sim 0.9998$ ，检出限  $0.003\sim 0.051$  mg/L，回收率在  $85.1\%\sim 110.8$  之间，适合橡胶和橡胶制品中 6 种元素含量的测定。



## 四、医药



药品中的重金属以及元素杂质会对人的身体健康产生危害。中药材中的重金属污染来源于植株生长过程中生物链的富集,在中药材中广泛存在。而化学药品中的元素杂质来源于原材料、辅料、生产设备以及工艺过程引入,尽管经过精制,也难以完全去除。因此重金属及元素杂质是药品质量控制中重点关注的因素之一。《中国药典》2020年版中对甘草等28种中药材品种中重金属及有害元素进行了限量规定,原子吸收分光光度法是规定的测定方法之一。药典中也要求化学合成的原料药及其制剂中无机杂质应参照ICH元素杂质指导原则(Q3D)进行研究。

原子吸收分光光度法具有操作简单,灵敏度高、成本低等优点,是药物中金属元素的常见测试方法之一,本部分内容主要介绍了岛津AA-7800在医药行业检测方面的部分应用,以供相关行业人员参考。

# 原子吸收测定活血止痛胶囊药粉中的铅、砷含量

**摘要:** 本文采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了活血止痛胶囊药粉中铅、氢化物发生器测定砷的含量。该方法加标回收率在 92.8~103.1%之间, 铅的方法检出限小于 0.1  $\mu\text{g/L}$ , 砷的方法检出限小于 0.59  $\mu\text{g/L}$ 。该方法操作简便, 可以满足该类药粉中铅、砷的测定要求。

**关键词:** 药粉 铅 砷 石墨炉

2012年4月15日, 央视《每周质量报告》曝光, 河北一些企业用生石灰给皮革废料进行脱色漂白和清洗, 随后熬制成工业明胶, 卖给浙江新昌县药用胶囊生产企业, 最终流向药品企业。记者调查发现, 9家药厂的13个批次药品所用胶囊重金属铬含量超标, 其中超标最多的达90多倍。目前, 毒胶囊的事件暂告一段落, 但药品监管的力度将继续加大, 药品的监察将纳入重点监管范围。现代工业和交通运输业的发展, 使空气、土壤、水质的铅、砷污染日趋严重, 中药材取自于动植物, 它们在种植养殖的过程中, 很容易受到周围环境的影响, 如果土壤、农药等因素中的铅、砷含量较大, 就会被动植物吸收, 而铅、砷可在动植物体内蓄积, 这样就可能造成中药的铅、砷污染。本文参考2020版药典, 研究了药粉中铅、砷的测定方法。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

AA-7800 (岛津); HVG-100 (岛津)

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液(1+1)浸泡24小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 $\text{HNO}_3$ 试剂为优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制Pb的标准溶液。仪器稳定后, 采用高密石墨管并按表1仪器工作条件, 进样量为20微升, 标准曲线法计算结果。

表1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清除	
				温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	500	10	2100	2	2200	2

配制As的标准溶液, 溶解2.5 g NaOH和2.0 g  $\text{NaBH}_4$ , 然后加水定容到500 mL; 取20 mL HCL到500 mL容量瓶中, 加入去离子水定容。仪器稳定后, 按表2仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

条件	砷
波长 (nm)	193.7
狭缝宽(nm)	0.7
灯电流(mA)	12
扣背景方式	BGC-D2
信号处理方式	峰高
火焰类型	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
燃气流量	2 L/min
助燃气流量	15 L/min

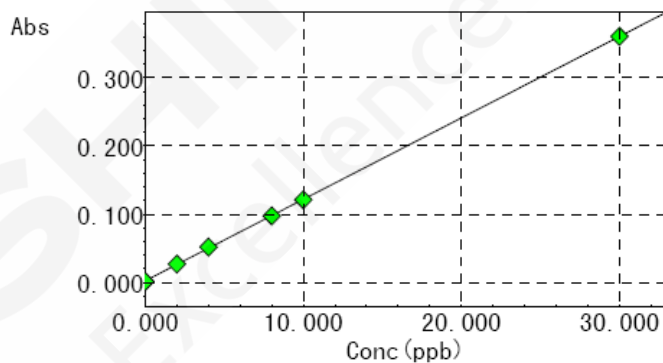
## 1.4 样品的前处理

称量约 0.50 g 左右样品于消解罐中，加入 6 mL HNO<sub>3</sub> 和 2 mL 双氧水，进行微波消解。设置程序 15 min 达到 220°C，并且保持 60 min，冷却至 50°C 取出消解罐放于电加热板上 130°C 赶酸至 2 mL 左右，用纯水定容至 50 mL 容量瓶中，待测，同法制备试剂空白溶液。

## 2. 结果讨论

### 2.1 线性方程和检出限

20 μL 进样量，对铅工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：



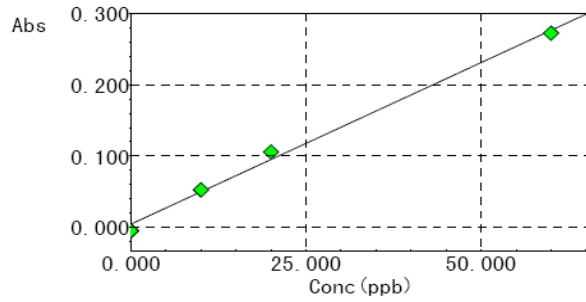
$$\text{Abs} = 0.011945 \text{Conc} + 0.0023785$$

$$r = 1.0000$$

图 1 铅的标准曲线

在 0.00~30.00 μg/L 浓度范围内，铅的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=1$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为：0.1 μg/L。

利用氢化物发生器附件火焰法对砷工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：



$$\text{Abs} = 0.0045288 \text{Conc} + 0.0046771$$

$$r = 0.9974$$

图 2 砷的标准曲线

在 0.00~60.00  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内, 砷的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9974$ 。按照实验方法, 对空白溶液重复测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得砷的方法检出限分别为: 0.59  $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.2 样品测定结果

取两份样品, 分别命名 1#、2#, 按照 1.4 中设定的前处理方法定容, 测定试样中的铅、砷的含量, 其结果见表 3。

表 3 药粉中铅元素分析结果

元素	样品名称	称量质量 (g)	测定值 (mg/Kg)	RSD (%)
Pb	1#	0.4972	8.77	2.94
	2#	0.5016	9.10	1.50
As	1#	0.4972	ND	-
	2#	0.5016	ND	-

## 2.3 加标回收实验

取 2 份药粉样品, 以同样的方法进行前处理, 以 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值, 进行了加标回收率实验, 其结果见表 4。

表 4 药粉加标回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Pb	18.31	5	22.95	92.8
	18.31	10	28.62	103.1
As	ND	10	9.36	93.6
	ND	20	18.69	93.5

## 3. 结论

本文采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了活血止痛胶囊药粉中铅的含量, 氢化物发生器测定砷的含量, 前处理方法快速、简单, 样品处理完全, 加标回收率在 92.8~103.1% 之间, 该方法操作简便, 可以满足该类药粉中铅、砷的测定要求。

# 石墨炉原子吸收法测定生化药品中的残留钯含量

**摘要:** 本文建立直接用 0.12 mol/L HCl 溶解生化药品样品, 使用石墨炉原子吸收法测定了生化药品样品中的残留钯含量。实验结果表明, 在较宽的吸光度范围内钯元素的线性关系良好, 相关系数  $r=0.9997$ , 方法检出限为  $0.28 \mu\text{g/L}$ , 样品加标回收率在  $90\% \sim 110\%$  之间。该方法操作简单, 定量准确, 可满足水溶性好的生化药品中残留的痕量钯元素测定。

**关键词:** 生化药品 钯炭催化剂 石墨炉 原子吸收

贵金属钯作为催化剂由于催化活性高、选择性好和产生三废少的特点, 经常应用在药物合成领域中。研究表明, 在药品生产原辅料合成中可能用到含钯属催化剂或含钯试剂, 这些试剂很可能在原料药中残留。残留的钯可能以最初的形式存在, 直接被摄入人体中; 也可能由于后续的化学过程进而形成有机金属化合物, 被吸收进入空气、土壤、水体、植物中, 从而进入人体内, 引起接触性皮炎、鼻炎、结膜炎、气喘和风疹等过敏性疾病。基于安全性和质控的严格要求, EMEA/CHMP 也颁布了金属催化剂或金属试剂残留量限度的指导文件。

石墨炉原子吸收法测量微量钯相比 ICP-MS 法具有成本方面的优势, 被众多中小企业所接受。本文建立直接用 0.12 mol/L HCl 溶解生化药品样品, 石墨炉原子吸收法测定了生化药品中的钯含量。该方法灵敏度高、干扰少、操作简单, 便于大批量样品的分析, 为药品中的痕量钯监测提供了一种新的途径。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$  试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 石墨炉条件参数

元素	波长 (nm)	石墨管 类型	点灯方式	灰化		原子化	
				温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)
Pd	247.6	热解石墨管	BGC-D <sub>2</sub>	900	20	2600	2

### 1.4 样品的前处理

准确称取 0.2 g 样品 (精确至 0.0001 g) 于烧杯中, 加入少量 0.12 mol/L HCl 将样品溶解, 将溶液转移至 50 mL 容量瓶中, 用 0.12 mol/L HCl 定容至刻度, 摇匀待测。配制 0.12 mol/L HCl 溶液作为空白。

## 2. 结果讨论

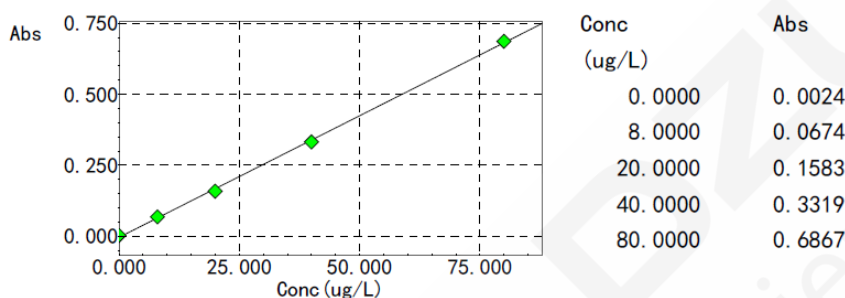
### 2.1 线性方程和检出限

配制 80.0  $\mu\text{g/L}$  钯标准溶液，利用自动进样器自动稀释功能制备系列标准溶液，用石墨炉原子吸收仪测定。标准系列见表 2。

表 2 标准曲线浓度

元素	仪器测定方法	标准曲线浓度( $\mu\text{g/L}$ )				
Pd	石墨炉法	0.00	8.00	20.0	40.0	80.0

测得标准曲线如下：



$$\text{Abs}=0.0085754\text{Conc}-0.0044904$$
$$r=0.9997$$

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，取 3 倍的标准偏差除以斜率求得钯元素在溶液中的检出限 0.28  $\mu\text{g/L}$ 。

### 2.2 样品测定结果

按实验方法对样品进行分析，分析结果见表 3。

表 3 生化药品样品中钯元素的分析结果

样品名称	称样量 (g)	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
生化药品	0.2000	4.76	1.19	5.45

### 2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，对生化药品样品进行了加标回收率实验，其结果见表 4。

表 4 生化药品中钯的回收试验

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Pd	4.76	20	24.83	100.4

## 3. 结论

本文建立直接用 0.12 mol/L HCl 溶解生化药品样品，使用石墨炉原子吸收法测定了生化药品样品中残留钯的含量。实验结果表明，在较宽的吸光度范围内钯元素的线性关系良好，相关系数  $r=0.9997$ ，方法检出限为 0.28  $\mu\text{g/L}$ ，样品加标回收率在 90%~110% 之间。该方法样品前处理操作简单，定量准确，可满足水溶性好的生化药品中残留的痕量钯元素测定。

# 微波消解原子吸收法测定中药及中成药中砷、铜的含量

**摘要:** 参考 2020 年《中国药典》，采用微波消解原子吸收法测定了中药及中成药中砷、铜的含量，结果表明，两个元素线性关系良好。砷在 0~30  $\mu\text{g/L}$  范围内相关系数  $r=0.9999$ ；铜在 0~1.0  $\text{mg/L}$  范围内相关系数  $r=1.0000$ 。两种元素的检出限在 0.08~0.012  $\text{mg/L}$  之间，加标回收率在 94.0~96.2% 之间， $\text{RSD}<3\%$ 。该方法可满足中药及中成药中微量砷和铜的测定。

**关键词:** 中药 中国药典 原子吸收

砷和铜是对人体有害的重金属元素，过量的砷会在人体的肝、肾、脾、毛发中蓄积，从而引起慢性砷中毒；而作为人体必需微量元素的铜，如果人体过量摄入量，可能引起贫血等症状，甚至对肝脏造成损害。由于环境污染，造成一些动植物中不同程度地富集重金属。因此在中药的研制、生产和外销中，重金属含量一直为人们所关注。本文依据 2020 版《中国药典》，采用微波消解处理样品，原子吸收法对甘草、白芍以及市场上中成药进行测定。砷元素采用氢化物方式测定；铜元素采用火焰方式测定。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计；氢化物发生器 (岛津)

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品 (30% 硝酸浸泡 24 小时)；实验所用酸均为优级纯试剂；氢氧化钠和硼氢化钠为分析纯试剂；实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

将甘草、白芍和银翘解毒片样品分别称量约 0.3g，置于聚四氟乙烯消解罐内，加入硝酸 10 mL，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置于微波消解炉内，进行消解 (按仪器规定的消解程序操作)。消解完全后，将消解罐置于电热板上，180 $^{\circ}\text{C}$  缓缓加热至红棕色蒸气挥尽并近干，用 2% 硝酸转入 25 mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀，待测。同法制备样品空白。

## 2 结果与讨论

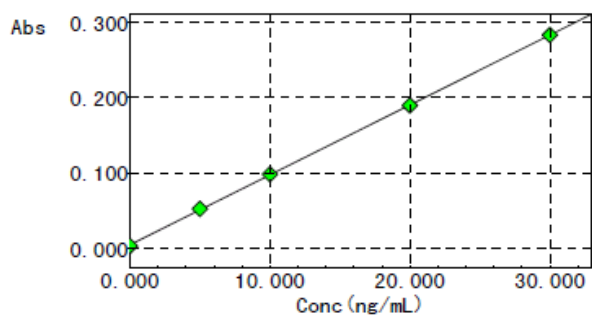
### 2.1 仪器工作参数

砷：波长 193.7 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D2，灯电流 12 mA

铜：波长 324.8 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D2，灯电流 8 mA

### 2.2 标准曲线

配制 0.0, 5.0, 10.0, 20.0 和 30.0  $\mu\text{g/L}$  砷的标准溶液，利用氢化物发生器 HVG-1，依次进样测定，得到图 1，元素砷的工作曲线。



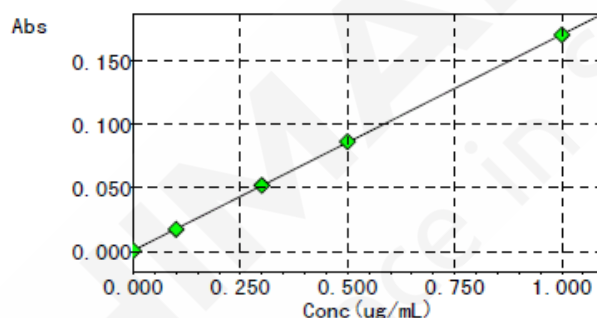
$$\text{Abs} = 0.0092933\text{Conc} + 0.0045474$$

$$r = 0.9999$$

图1 砷元素标准曲线

在 0.00~30.00  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内, 砷的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9999$ 。按照实验方法, 对空白溶液重复测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为: 0.08  $\mu\text{g/L}$ 。

配制 0.0, 0.1, 0.3, 0.5 和 1.0  $\text{mg/L}$  铜的标准溶液, 用火焰法依次进样测定, 得到图 1, 元素铜的工作曲线。



$$\text{Abs} = 0.16947\text{Conc} + 0.00096210$$

$$r = 1.0000$$

图2 铜元素标准曲线

在 0.1~1.0  $\text{mg/L}$  浓度范围内, 铜的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9999$ 。按照实验方法, 对空白溶液重复测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铜的方法检出限分别为: 0.012 $\text{mg/L}$ 。

## 2.2 样品测定结果

分别称取甘草、白芍样品及银翘解毒片各一份, 微波消解定容后, 分别测定试样中的砷含量, 其结果见表 1 和表 2。

表 1 中药及中成药中砷的分析结果

元素	样品名称	称样量 (g)	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 ( $\text{mg/Kg}$ )	RSD (%)
As	甘草	0.3010	7.18	0.59	0.20
	白芍	0.3021	8.44	0.68	0.51
	银翘解毒片	0.3019	4.50	0.37	1.14

表 2 中药及中成药中铜的分析结果

元素	样品名称	称样量 (g)	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
Cu	甘草	0.3010	0.22	18.58	2.43
	白芍	0.3021	0.071	58.55	0.81
	银翘解毒片	0.3019	0.054	4.50	1.66

### 2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，对甘草样品进行了加标回收率实验，其结果见表 3。

表 3 样品的回收率

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
As	7.18	10.00	16.82	96.2
元素	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率 (%)
Cu	0.22	0.50	0.69	94.0

### 3. 结论

本文参考 2020 年《中国药典》，采用微波消解原子吸收法测定了中药及中成药样品中砷的含量。该方法操作简便，检测限低，回收率好，可满足中药及中成药中有害元素砷和铜的检测。

# 冷蒸气原子吸收法测定中药材中的汞含量

**摘要：**采用微波消解冷蒸气原子吸收法测定中药材中的汞含量，实验结果表明汞在 0~5  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内有良好的线性关系，相关系数为 0.9992，检测限为 0.13  $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率为 95%~104%该方法具有灵敏度高，测试快速的优点，可以满足药典中汞分析限值的要求。

**关键词：**冷汞发生器 中药材 汞

中药是我国传统医学的重要组成部分，一直以其独特的疗效而闻名于世。然而，随着经济的发展，环境污染越来越严重，使得有些中药材在生长的过程中吸收了周围环境中的有害金属元素，这样不仅降低了中药质量而且直接影响用药者的安全。汞的测定可用分光光度法、冷蒸气原子吸收法、原子荧光法、电化学法、电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子质谱法测定。本文介绍采用微波消解冷蒸气原子吸收法测定中药材中的汞含量，具有简单、快速和灵敏度高操作成本低的特点，可以满足药典分析的要求。

## 1. 实验部分

一定量的样品加入到反应瓶中，再加入氯化亚锡溶液，在瞬间产生汞蒸气，汞蒸气在泵的带动下通过管路进入到气体流通池中，在 253.7 nm 下测定其含量。

### 1.1 仪器配置

原子吸收光谱仪 AA-7800； MVU-1 冷汞发生器附件；微波消解仪

### 1.2 实验条件

波长：253.7 nm

狭缝：0.7 nm

点灯方式：BGC-D2

燃烧器高度：19.5 mm

### 1.3 试剂

浓盐酸(分析纯)；浓硫酸(分析纯)

氯化亚锡：称 10 g 氯化亚锡于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 浓盐酸，再用纯水稀释到 100 mL

5%重铬酸钾：称 5 g 重铬酸钾用纯水定容至 100 mL

汞标液：每 50 mL 标液中加入 1 mL 浓硫酸和 0.5 mL 5%重铬酸钾

### 1.4 样品前处理

称取 0.5 g 样品精确至 0.0001 g 于微波消解罐中，加入 8 mL 硝酸按表 1 微波消解程序消解，消解结束后，自然冷却，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 浓硫酸 0.5 mL 5%重铬酸钾用纯水定容至刻度待测，同时做空白试验。

表 1 微波消解程序

Step	Time (min)	Power (watt)	Temp (°C)	Pressure (bar)
1	2	1000	50	0
2	3	0	30	0
3	20	1000	180	0
4	1	0	150	0
5	4	1000	180	0
6	10	1000	180	0

## 2. 实验结果

### 2.1 反应原理及方法讨论

冷汞发生器流路如图 1 所示，一定量的样品加入到反应瓶中，再加入氯化亚锡溶液，在瞬间产生汞蒸气，图中模式旋塞和排气旋塞均处于实线位置，汞蒸气在泵的带动下在管路中循环，信号达到稳定后在 253.7 nm 下测其吸光度。

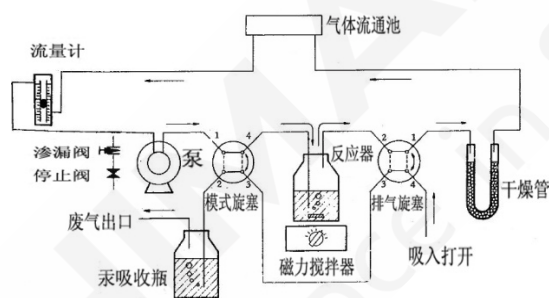
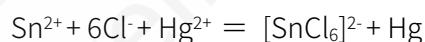


图 1 冷汞发生器流路图

过量的氯化亚锡与汞的反应方程式：



汞极不稳定，在保存过程中容易损失，导致汞损失可能的原因是：样品中各种还原剂、杂质、微生物会把汞离子转变为有机汞或金属汞而挥发，另外贮存容器容易吸附汞形成络合物也会导致汞的损失。所以为了防止汞的损失可加入酸和氧化剂作为稳定剂，加入的酸通常有硝酸、硫酸、盐酸等，加入的氧化剂有重铬酸钾、高锰酸钾等。本文选择硫酸和重铬酸钾作为稳定剂。

### 2.2 氧化剂加入量的选择

过量氧化剂会消耗氯化亚锡而影响汞的还原，在 2%硫酸条件下考察不同浓度的重铬酸钾对测试灵敏度的影响：

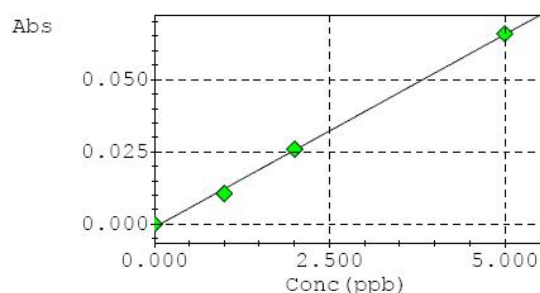
表 2 重铬酸钾浓度对测试灵敏度的影响

100 mL 5 μg/L 汞标液					
浓度	0	0.05%	0.1%	0.2%	0.5%
ABS	0.0926	0.1124	0.0966	0.0864	0.0093
RSD%	0.69	0.31	0.22	0.57	1.52

从测试结果可以看出，当重铬酸钾的浓度为 0.05% 时，有较好的灵敏度。

分别配制 0, 1, 2, 5  $\mu\text{g/L}$  的汞标液, 上机测试结果表明, 在 0~5  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内, 浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9992$ 。

校准曲线 (C# : 01)



$$\text{Abs}=0.013364\text{Conc}-0.0011036$$

$$r=0.9992$$

图 2 Hg 的工作曲线图

## 2.4 样品测试

表 3 样品测试结果

样品名	测试值( $\mu\text{g/L}$ )	RSD%	样品浓度( $\text{mg/kg}$ )
空白	0.8383	2.80	---
金银花	0.9730	2.38	0.013
白芍	0.7410	0.80	N.D

## 2.5 检测限及加标回收率实验

对样品空白连续测定 11 次, 以 3 倍 SD 值除以曲线斜率算得检测限为 0.13  $\mu\text{g/L}$ 。以表 3 中金银花和白芍样品为本底, 各称 0.5 g 加入 1 mL 100  $\mu\text{g/L}$  的汞标液按同样的方法做前处理最后定容至 50 mL, 进行加标回收率实验, 回收率数据如下表 4 所示:

表 4 回收率实验结果

样品	测量值( $\mu\text{g/L}$ )	加标量( $\mu\text{g/L}$ )	加标后测定值	回收率
金银花	0.9730	2.0	3.0457	104%
白芍	N.D	2.0	2.7464	95%

## 3. 总结

采用微波消解冷蒸气原子吸收法测定中药材中的汞含量, 实验结果表明汞在 0~5  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内有良好的线性关系, 相关系数为 0.9992, 检测限为 0.13  $\mu\text{g/L}$ , 加标回收率为 95%~104%该方法具有灵敏度高, 测试快速的优点, 可以满足药典中汞分析限值的要求。

## 五、工业制造



社会的进步离不开工业制造行业的发展。作为我国国民经济的支柱产业，工业制造是我国经济增长的主导部门和经济转型的基础；作为经济社会发展的重要依托，工业制造是我国城镇就业的主要渠道和国际竞争力的集中体现。工业制造行业涉及多个细分行业，包括钢铁冶金、新能源、新材料、电子电器、轻纺行业、汽车工业等等。这些行业在加工制造的过程中会运用各种各样的检测仪器用于评价产品的优劣。原子吸收光谱法作为一种常用金属元素检测方法，应用非常广泛，包括矿物冶炼中的成分分析、电路板的电镀液分析、电池中的有害元素分析等等。

本部分内容主要介绍了岛津 AA-7800 在工业制造领域检测方面的部分应用，以供相关行业人员参考。

# 原子吸收法测定铜箔电解液中的铜含量

**摘要:**本文参考标准 GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分:铜含量的测定》，使用岛津原子吸收 AA-7800 建立了测定铜箔电解液中铜含量的方法。结果表明，该方法线性良好，检出限低，测试重复性好，准确度高，满足铜箔电解液中铜含量的测定要求。

**关键词:** 原子吸收 铜箔 锂电池

铜及铜合金是重要的金属产品，因其在力学、电学和化学等方面的优异特性，被广泛应用在生产生活的方方面面。特别是在锂电池的制造上，铜及铜合金发挥着重要作用。

金属铜的制品铜箔是制作 PCB（印制电路板）和锂电池负极集流体等电子电气产品的核心材料。对于锂电池来说，铜箔的主要功能是将电池活性物质产生的电流汇集起来，以便形成较大的电流对外输出，此外铜箔还充当负极电子流的收集与传输体。因此，铜箔的制作工艺和产品质量对于锂电池的性能具有重大影响。其中，铜箔中铜的纯度影响其导电性、延展性和导热性等，因此需要准确掌控铜箔中铜的含量。

铜作为铜箔的主成分，为了准确定量分析，通常将铜箔溶解，采用电化学方法电解富集铜，通过质量法称量大部分铜，而剩余在电解液中的少量铜，可采用原子吸收法进行测定，两部分结果相加即可得到铜的总含量，测试的准确度更高。

本文参考标准，使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计火焰法测定铜箔电解后溶液中剩余的铜含量，方法简单，测试速度快，稳定性好。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津原子吸收分光光度计 AA-7800

### 1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 AA-7800 分析条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	0.7	8	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	1.8	15.0

### 1.3 样品前处理

按照标准 GB/T 5121.1-2008 配制溶液并对铜箔样品进行处理，过程见下图 1 所示。

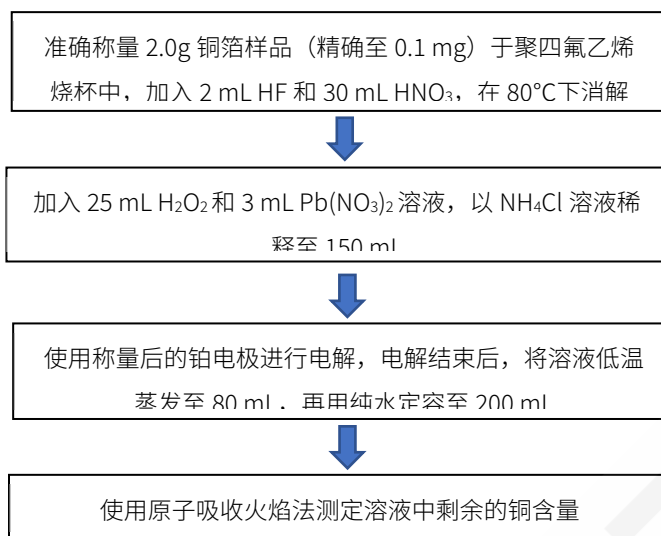


图 1. 原子吸收测定电解后溶液中铜含量流程图

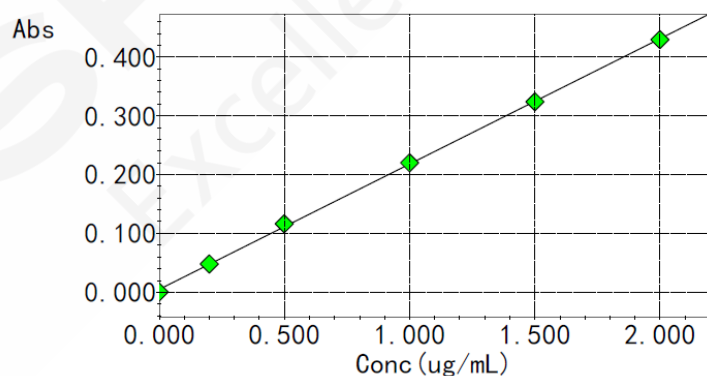
## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

按照标准要求, 使用 2.5% 的硝酸溶液配制铜元素标准溶液, 浓度系列见下表 2, 标准曲线见图 2 所示。

表 2 标准溶液浓度

元素	浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cu	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00



$$\text{Abs} = 0.21322\text{Conc} + 0.0050743$$

$$r = 0.9998$$

图 2 Cu 元素标准曲线

### 2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次, 分别以样品空白吸光度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 除以标准曲线斜率计算检出限和定量限, 按溶液定容体积为 200 mL 计算方法检出限和定量限。以吸光度为 0.0044 时对应的浓度为特征浓度, 考察仪器灵敏度。(结果见下表 3 所示)

结果显示，Cu 的特征浓度为 0.021  $\mu\text{g/mL}$ ，优于标准要求的 0.042  $\mu\text{g/mL}$ 。

表 3 检出限和特征浓度结果

元素	特征浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	仪器检出限 ( $\mu\text{g/mL}$ )	仪器定量限 ( $\mu\text{g/mL}$ )	方法检出限 ( $\text{mg}$ )	方法定量限 ( $\text{mg}$ )
Cu	0.021	0.003	0.010	0.0006	0.002

### 2.3 样品分析结果

分别对两种铜箔样品电解析出铜后的溶液进行测定，其铜的浓度及铜箔中铜的质量分数结果见表 4 所示。

表 4 铜箔中铜的含量

样品名称	称量质量 (g)	电解铜质量 (g)	稀释倍数	测定浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	RSD (%, n=3)	溶液中铜的质量 (mg)	铜的总质量 (g)	质量分数 (%)
铜箔 1#	2.0254	2.0240	4	0.703	0.39	0.563	2.0246	99.96
铜箔 2#	2.0025	1.9978	4	1.18	0.47	0.944	1.9987	99.81

注：溶液体积为 200 mL。

### 2.4 加标回收率测试

对铜箔 1#样品电解析出铜后的溶液进行加标回收实验，回收率结果见表 5 所示。

表 5 加标回收结果

样品名称	测定浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	加标测定浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率 (%)	RSD (%, n=3)
铜箔 1#	0.703	0.50	1.19	98.2	0.26

## 3. 结论

本文利用岛津公司 AA-7800 原子吸收分光光度计，建立了测定铜箔电解析出铜后溶液剩余铜含量的方法。结果显示：该方法线性良好 ( $r > 0.999$ )，方法灵敏度优于标准要求，加标回收率高，测定精密度好 ( $RSD < 0.5\%$ )，满足铜箔电解液中铜含量的测定要求。

# 原子吸收分光光度法测定电池中的铅、镉和汞的含量

**摘要:** 依据 GB/T 20155-2006《电池中汞、镉、铅含量的测定》，使用原子吸收火焰法和冷原子吸收法对电池中的铅、镉、汞含量进行了测定。该方法回收率为 95.23~99.99%之间，线性相关系数大于 0.9998，相对标准偏差在 0.56%~1.04%。该方法操作简便，可满足电池在环境中重金属污染综合防治分析的检测要求。

**关键词:** 环境 污染 电池 重金属 铅 镉 汞 原子吸收

随着社会经济的发展，各种电子产品和通讯器材大量涌现，且更新换代速度不断加快，例如手机在人们中的迅速普及，电动自行车的大量推广使用，从而使人们在日常生活中使用的电池数量和种类急剧增加。废电池对环境的危害主要问题是电池中有害成分在电池废弃后造成的环境污染。电池中的有害成分主要有汞、镉、铅等重金属，此外还有酸、碱等电解质溶液，对人体及生态环境有不同程度的危害。因此，建立一个准确、快速的电池中有害成分含量的测定方法，在电池生产部门 and 环境保护有着重要意义。目前，电池中汞、铅、镉含量的测定标准方法是采用 GB/T 20155-2018《电池中汞、镉、铅含量的测定》。本文依据上述标准，联合国家轻工业电池质量监督检测中心，使用岛津 AA-7800 原子吸收火焰法和 MVU 冷原子吸收法对电池中的铅、镉、汞含量进行了测定。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

AA-7800 (岛津); MVU 冷汞发生器(岛津)

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub>、HCl、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 试剂优级纯试剂，SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O、KMnO<sub>4</sub> 为分析纯，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 Pb、Cd 和 Hg 的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	灯电流低 (mA)	狭缝 (nm)	燃烧头高度 (mm)	点灯方式	浓度单位
Pb	217.0	10	0.7	7	BGC-D2	mg/L
Cd	228.8	8	0.7	7	BGC-D2	mg/L
Hg	253.7	4	0.7	22	BGC-D2	μg/L

## 1.4 样品的前处理

电池样品称重后，将电池解剖、弃去外壳、碳棒和密封材料，取碳粉部分于 500 mL 烧杯中，充分研磨或搅拌均匀后，依次加入 40 mL 去离子水、40 mL 硝酸，待反应平静后加入 40 mL 盐酸。加热微沸 15 min 后(注意勿使黑色物质溢出烧杯)，取下冷却，过滤，用去离子水定容至 250 mL 容量瓶中，摇匀，稀释不同倍数待测。随同试样制备空白液。

## 2. 结果讨论

### 2.1 标准曲线

配制铅标准溶液 0.0、1.0、2.0、3.0、5.0 mg/L，镉标准溶液 0.0、0.1、0.2、0.4、0.6 mg/L，汞标准液 0.0、4.0、6.0、10 和 20  $\mu\text{g/L}$ ，各元素标准曲线图如下：

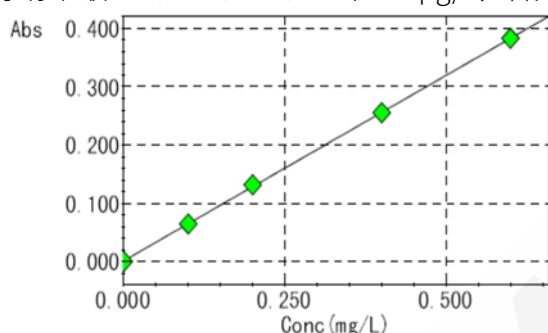


图 1 镉的标准曲线

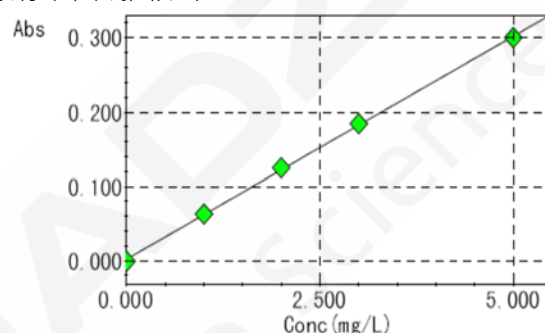


图 2 铅的标准曲线

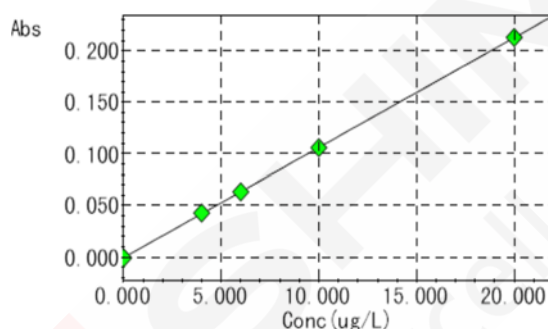


图 3 汞的标准曲线

各元素在浓度范围内，浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r > 0.9998$ 。

### 2.2 样品测定结果

某品牌 R20S 电池中铅、镉和汞元素的含量结果见表 2。

表 2 R20S 电池样品分析结果

元素	称样量 (g)	定容体积 (mL)	稀释 倍数	测定 结果	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
Pb			10	2.8 (mg/L)	83.77	1.04
Cd	84.009	250	10	0.1 (mg/L)	3.27	0.56
Hg			1	15.53 ( $\mu\text{g/L}$ )	46.22	0.69

依据 GB 24427-2009《碱性及非碱性-二氧化锰电池中汞、镉、铅含量的限制要求》，该品牌 R20S 电池中的汞、镉和铅含量均小于限量值（汞 $\leq 250$  mg/Kg，镉 $\leq 200$  mg/Kg，铅 $\leq 2000$  mg/Kg）。

### 2.3 加标回收实验和检出限

在选定条件下对铅、镉和汞元素的空白样品测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限分别为 0.015 mg/L、0.0014 mg/L 和 0.03  $\mu\text{g/L}$ 。回收率数据如下表 3 所示：

表 3 R20S 电池样品回收试验结果

元素	加标前	加标量	加标后	回收率 (%)
Pb	2.8 (mg/L)	2.0 (mg/L)	4.79 (mg/L)	99.58
Cd	0.1 (mg/L)	0.1 (mg/L)	0.20 (mg/L)	95.23
Hg	15.53 ( $\mu\text{g/L}$ )	10.0 ( $\mu\text{g/L}$ )	25.51 ( $\mu\text{g/L}$ )	99.92

### 3. 结论

依据 GB/T 20155-2018《电池中汞、镉、铅含量的测定》和 GB 24427-2009《碱性及非碱性-二氧化锰电池中汞、镉、铅含量的限制要求》，使用岛津 AA-7800 原子吸收火焰法和冷原子吸收法对电池中的铅、镉、汞含量进行了测定。该方法操作简便，可满足电池在环境中重金属污染综合防治分析的检测要求。

# 高温火焰原子吸收法测定工业循环水中铝离子含量

**摘要:** 参考 GBT 23837-2009 《工业循环冷却水中铝离子的测定》国家标准, 使用笑气-乙炔高温火焰原子吸收法测定了工业循环水中铝离子的含量。该方针对性强, 定量准确, 完全能满足工业循环水中铝离子含量的测定要求。

**关键词:** 循环水 铝离子 高温火焰 原子吸收

工业循环水主要用于工业冷却水系统, 所以也叫循环冷却水, 在工业生产中经常会用到, 约占工业用水量的百分之九十以上。在工厂中, 循环冷却水主要用来冷凝蒸汽, 冷却产品或设备, 如果冷却效果差, 就会影响生产效率, 使产品的收率和产品的质量下降, 甚至于会造成生产事故。测量工业循环水中铝离子的含量, 可以有效地监控铝制管道中的腐蚀情况, 对工业安全生产有非常重要的意义。

本文参考了 GBT 23837-2009 《工业循环冷却水中铝离子的测定 原子吸收光谱法》国家标准, 通过使用笑气-乙炔高温火焰法, 准确测定了工业循环水中的铝离子含量。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品 (30% 硝酸浸泡 24 小时); 实验所用酸均为优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制铝标准溶液, 使用 0.4g/L 氯化铯和 1%硝酸的定容。仪器稳定后, 按表 1 仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Al	309.3	N <sub>2</sub> O-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>	0.7	10	7.00	15.0

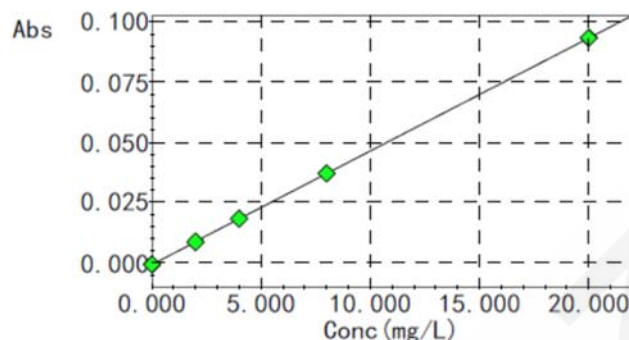
### 1.4 样品的前处理

工业循环水样品先用 0.45 μm 水性滤膜过滤, 量取 100 mL 滤液于玻璃烧杯中, 然后加入双氧水、硝酸各 1 mL, 置于电热板上加热蒸发至近干后再加入硝酸 1 mL 和少量水溶解残渣转移至 100 mL 容量瓶中, 用氯化铯 0.4 g/L 的溶液定容, 待测。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 标准曲线及方程式

配制铝元素浓度 0 mg/L, 2.00 mg/L, 4.00 mg/L, 10.00 mg/L, 20.00 mg/L 标液各 100 mL, 使用 0.4 g/L 氯化铯和 1%硝酸水溶液定容。



$$\text{Abs}=0.0047011\text{Conc}-0.00062753$$
$$r=1.0000$$

图 1 铝元素的标准曲线

### 2.2 循环水测量结果及方法的检出限

对空白标准溶液进行 10 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为检出限, 其结果见表 2。

表 2 循环水的测量结果及检出限

样品名称	测量目标	测定结果	检出限
	化合物名称	(mg/L)	(mg/L)
工业循环水	铝离子	N.D. <sup>1</sup>	0.072

注: 测量结果小于 0.072 mg/L。

### 2.3 循环水样品加标回收率

量取两个循环水平行样品, 进行加标实验, 测定加标回收率见表 3。

表 3 工业循环水铝离子加标回收率

样品名称	加标前含量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后含量 (mg/L)	回收率 (%)
工业循环水	N.D.	2.000	1.941	96.8

## 3. 结论

本文参考了 GBT 23837-2009《工业循环冷却水中铝离子的测定》国家标准, 使用 AA-7800 高温火焰原子吸收法测定了循环水中的铝离子的含量。实验结果表明该方法线性关系好, 检出限低, 回收率高, 测量简便快速、准确, 能够有效排除循环水中铝元素对铝离子测量的干扰, 适合循环水中铝离子的含量测定。

# 火焰原子吸收法测定铝合金中的锂和银含量

**摘要:**本文参考铝及铝合金化学分析方法国家标准 GB/T 20975.9-2020 和 GB/T 20975.36-2020, 使用岛津原子吸收分光光度计 AA-7800 建立了测定铝合金中锂和银含量的方法。实验结果表明, 锂和银的标准曲线线性良好, 检出限低, 测试准确度高, 精密度好, 完全满足标准要求。

**关键词:** 火焰原子吸收法 铝合金 锂 银

铝及铝合金制品是广泛应用的金属材料, 通过在纯铝中加入特定的元素, 可改变其组织结构和性能, 可用于各种特殊用途。铝合金中的合金元素类型和含量对其性能具有决定性影响, 如铝合金中引入银可有效提高硬化速率, 而加入锂元素可降低合金比重和提高刚度等。因此, 评价铝及铝合金中的特定元素含量, 对于深入了解其性质具有重要意义。

原子吸收法是测定铝及铝合金中合金元素的常用方法, 具有分析速度快, 成本低, 操作简单等优点, 铝及铝合金化学分析方法国家标准 GB/T 20975.9-2020 《铝及铝合金化学分析方法 第 9 部分: 锂含量的测定 火焰》和 GB/T 20975.36-2020 《铝及铝合金化学分析方法 第 36 部分: 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法》提供了火焰原子吸收法测定锂和银含量的方法。

本文采用岛津原子吸收分光光度计 AA-7800 分别测定了铝合金中的锂和银的含量。结果表明, 标准曲线线性良好, 检出限低, 准确度高, 精密度好, 可满足标准的要求。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津原子吸收分光光度计 AA-7800

### 1.2 仪器分析条件

仪器分析条件见表1所示。

表 1 AA-7800 分析条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Li	670.8	0.7	8	NON-BGC	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	1.8	15.0
Ag	328.1	0.7	10	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	2.2	15.0

### 1.3 实验器皿及试剂

实验器皿: 聚四氟乙烯烧杯, 消解管、表面皿

实验试剂: 锂和银标准溶液(标准品)、纯铝(纯度99.99%)、硝酸和盐酸(电子级)

### 1.4 样品前处理

准确称取 0.25 g (精确至 0.1 mg) 铝合金样品于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 王水(盐酸和硝酸体积比 3:1), 待剧烈反应后放置于电热板上 100°C 缓慢加热至试样完全溶解, 将消解后的溶液用纯水全部转移至 50 mL 消解管中, 定容和摇匀后待测。同法制备纯铝的基体匹配溶液和样品空白。

## 2. 结果与讨论

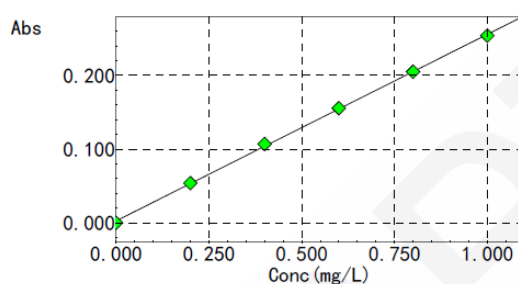
### 2.1 标准曲线

#### 2.1.1 Li 元素标准曲线

参考国标使用基体匹配法配制系列 Li 元素标准溶液，标准溶液浓度和曲线见表 2 和图 1。

表 2 Li 元素标准曲线浓度

标准曲线浓度 (mg/L)					
STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00



$$\text{Abs} = 0.25290\text{Conc} + 0.0028667$$

$$r = 0.9998$$

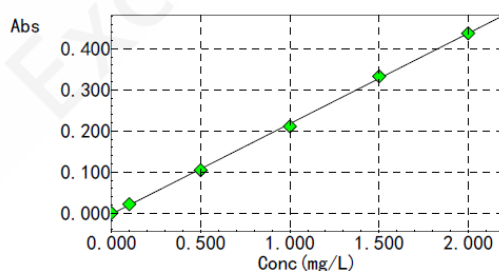
图 1 Li 元素标准曲线

#### 2.1.2 Ag 元素标准曲线

使用 2%硝酸配制系列 Ag 元素标准溶液，标准曲线浓度和曲线见表 3 和图 2。

表 3 Ag 元素标准曲线浓度

标准曲线浓度 (mg/L)					
STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
0	0.10	0.50	1.00	1.50	2.00



$$\text{Abs} = 0.22008\text{Conc} - 0.0021643$$

$$r = 0.9997$$

图 2 Ag 元素标准曲线

### 2.2 仪器性能指标

国标对仪器提出了特征浓度、精密度和工作曲线线性等要求，分别如下：

- (1) 特征浓度：在一定实验条件下，能得到 1%吸收后产生 0.0044 Abs（吸光度）时对应的试样浓度。计算方法为：特征浓度=0.0044/工作曲线斜率。

(2) 精密度: 使用最高浓度标准溶液测量 10 次吸光度, 其标准偏差不得超过平均吸光度的 1.0%; 使用最低浓度点 (非“零”浓度) 标准溶液测量 10 次吸光度, 其标准偏差不得超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

(3) 工作曲线线性: 将工作曲线平均分为 5 段, 最高段吸光度差值与最低段吸光度差值之比不小于 0.7。

分别对 Li 和 Ag 元素按照国标要求进行仪器分析性能确认, 结果见下表 4 所示。从表上可知, 仪器的性能指标完全满足测试 Li 和 Ag 的国标方法要求。

表 4 AA-7800 仪器分析性能

分析指标	标准要求		测量结果	
	Li	Ag	Li	Ag
特征浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	$\leq 0.018$	$\leq 0.03$	0.017	0.02
精密度	最高浓度点	$\leq 1.0\%$	0.35%	0.83%
	最低浓度点	$\leq 0.5\%$	0.08%	0.09%
工作曲线线性	$\geq 0.7$		0.91	1.0

### 2.3 样品测定结果

对铝合金样品进行分析, 并进行加标回收实验, 测定结果见表 5。

表 5 铝合金中锂和银含量测定结果

测定元素	测定浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	含量 (%)	加标浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	加标测定浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率 (%)	RSD (% , n=3)
Li	0.24	0.005	0.20	0.42	90.0	0.19
Ag	N.D.	N.D.		0.21	105	0.92

注: N.D.表示未检出。

### 3. 结论

本文参考国标使用火焰原子吸收法测定铝合金中锂和银的含量, 方法的特征浓度, 精密度及工作曲线线性等指标均优于国标, 满足铝合金中锂和银的测定要求。

# 原子吸收法连续测定钢丝帘线镀层中的铜、锌含量

**摘要:** 借助于氨水加过氧化氢溶液将黄铜镀层自帘线上剥离下来, 而铁基不受影响, 将溶液煮沸除去过氧化氢之后用原子吸收光谱法对钢丝帘线镀层中的铜、锌含量进行连续测定。在此条件下测定结果标准偏差小, 回收率为 96.1~99.6%。该方法具有灵敏度高, 操作简便等优点。

**关键词:** 钢丝帘线 铜 锌 原子吸收

钢丝帘线是子午线轮胎重要的骨架材料, 钢丝表面覆铜锌镀层, 厚度为 0.08~0.40  $\mu\text{m}$ , 铜、锌含量比在 2:1 左右, 它直接影响胶料与钢丝的粘合性能, 故含量控制对于产品质量稳定至关重要。测定黄铜镀层的重量和成分的方法很多, 有化学分析法和仪器分析法, 化学分析法操作复杂、精度低。本实验参考标准: YBT 135-2017, 借助于氨水加过氧化氢溶液将黄铜镀层自帘线上剥离下来, 而铁不受影响, 将溶液煮沸除去过氧化氢之后用原子吸收光谱法对钢丝帘线镀层中的铜、锌含量进行连续测定。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

岛津 AA-7800

盐酸 (优级纯); 过氧化氢 (分析纯); 氨水 (分析纯)

### 1.2 分析条件

铜: 波长 324.8 nm; 狭缝宽度 0.7 nm; 灯电流 6 mA; 氘灯背景校正;

锌: 波长 213.9 nm; 狭缝宽度 0.7 nm; 灯电流 8 mA; 氘灯背景校正;

### 1.3 样品制备

称取钢丝帘线 1 g 左右, 将试样放入 100 mL 烧杯中, 加入 15 mL 氨水 (1+2), 然后逐滴加入过氧化氢 (30%), 分四次加, 每次加 0.25 mL (每加一次需摇动片刻)。待镀层完全溶解, 将溶液定量地转入另一个 100 mL 烧杯中, 盖上表面皿, 煮沸至浑浊, 取下冷却到室温, 加入 4 mL 盐酸 (1+1) 进行酸化, 然后把溶液定量转入 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取 5.00 mL 上述溶液放入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸 (1+1), 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。随同试样做空白试验。

### 1.4 工作曲线的配制

移取 10.00 mL 1000 mg/L 铜标准溶液, 5.00 mL 1000 mg/L 锌标准溶液于 100 mL 烧杯中。加入 15 mL 氨水 (1+2), 然后逐滴加入过氧化氢 (30%), 分四次加, 每次加 0.25 mL (每加一次需摇动片刻)。煮沸至浑浊, 取下冷却到室温, 加入 4 mL 盐酸 (1+1) 进行酸化, 然后把溶液定量转入 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。取 6 个 100 mL 容量瓶, 分别移入 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 上述标准溶液, 补加 10 mL 盐酸 (1+1), 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。

## 2. 结果讨论

### 2.1 线性方程和检出限

分别对铜、锌工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：

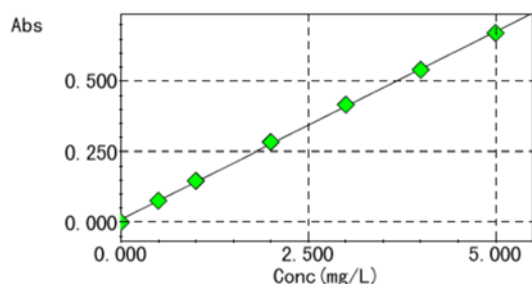


图 1 铜的标准曲线图

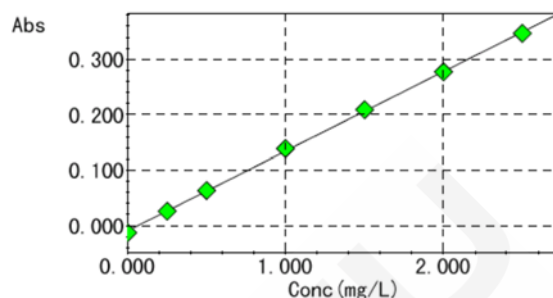


图 2 锌的标准曲线

在 0.00~5.00 mg/L 浓度范围内，铜的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9997$ 。在 0.00~2.50 mg/L 浓度范围内，锌的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9998$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铜、锌的方法检出限分别为：5.0  $\mu\text{g/L}$  (Cu)，8.0  $\mu\text{g/L}$  (Zn)。

### 2.2 样品测定结果

对钢丝帘线中的铜和锌含量进行测定，根据以下公式计算镀层组分含量。

$$\text{Cu (\%)} = \frac{X}{X+y} \times 100$$

$$\text{Zn (\%)} = \frac{y}{X+y} \times 100$$

X—从铜工作曲线上查得的铜量，g；

y—从锌工作曲线上查得的锌量，g；

结果如下：

表 1 样品测定结果

元素	测定结果 (mg/L)	样品含量 (mg)	组分含量 (%)	RSD (%)
Cu	47.45	4.745	65.64	0.30
Zn	24.84	2.484	34.36	0.48

### 2.3 加标回收实验

以同样前处理方法测定值为本底并进行加标回收率实验，回收率数据如下表 2 所示：

表 2 样品回收率

元素	测定含量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定总量 (mg/L)	回收率 (%)
Cu	20.38	20.00	39.60	96.1
Zn	9.71	10.00	19.67	99.6

### 3. 结论

使用岛津 AA-7800，参照行业标准分析方法（YBT 135-2017），建立了一种新型高准确度测定钢丝绳线中铜和锌的定量分析方法，其回收率为 96.1-99.6%，线性相关系数大于 0.9997，该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。



## 附录 检测项目快速索引表

序号	行业	应用报告	参考标准	页码
1	食品安全	稀酸提取-石墨炉原子吸收法测试大米中镉和铅含量	LS/T 6134-201 LS/T 6135-2018	5
		AA-7800 石墨炉原子吸收法测定食品中镉、铬、铅元素含量	GB 5009.12-2017 GB 5009.15-2014 GB 5009.123-2014	8
		原子吸收法测定茶叶中的铜、铅、镉、砷和汞	GB 2762-2005	11
		氢化物发生原子吸收光谱法测定饼干中的硒含量	GB 5009.93-2017	15
2	环境化工	AA-7800 测定水样中钴元素含量	HJ957-2018 HJ958-2018	19
		森林土壤中全钾、速效钾以及缓效钾的含量测定	LY/T 1234-2015	22
		二乙三胺五乙酸浸提-原子吸收法测定土壤有效态锌、锰、铁、铜的含量	NY/T 890-2004	25
		AA-7800 测定土壤沉积物中铜、锌、铅、镍、及铬元素含量	HJ491-2019	29
		原子吸收光谱法测定土壤沉积物中的钴、铈及六价铬含量	HJ 1080-2019 HJ 1081-2019 HJ 1082-2019	32
		AA-7800 测定工作场所空气中砷及其无机化合物	GBZ/T 300.47-2017	36
		火焰法测定橡胶制品中的铜、锰、铁、锌、铅和镉含量	ISO-6101 GB/T 9874-2001 SN/T 2267-2009	39
3	医药	原子吸收测定活血止痛胶囊药粉中的铅、砷含量	2020 版药典	44
		石墨炉原子吸收法测定生化药品中的残留钡含量	/	47
		微波消解原子吸收法测定中药及中成药中砷、铜的含量	2020 版药典	49
		冷蒸气原子吸收法测定中药材中的汞含量	/	52
4	工业制造	原子吸收法测定铜箔电解液中的铜含量	GB/T 5121.1-2008	56
		原子吸收分光光度法测定电池中的铅、镉和汞的含量	GB/T 20155-2006	59
		高温火焰原子吸收法测定工业循环水中铝离子含量	GBT 23837-2009	62
		火焰原子吸收法测定铝合金中的锂和银含量	GB/T 20975.9-2020 GB/T 20975.36-2020	64
		原子吸收法连续测定钢丝帘线镀层中的铜、锌含量	YBT 135-2017	67



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

## ⊕ 岛津企业管理 (中国) 有限公司/岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

### 北京

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14层  
邮政编码: 100020  
电话: (010)8525-2310/2312 传真: (010)8525-2531

### 沈阳

沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层  
邮政编码: 110016  
电话: 024-23255577 传真: (024)2325-5577

### 西安

西安市锦业一路56号研祥城市广场A座501  
邮政编码: 710065  
电话: 029-62737878 传真: (029) 6273-7879

### 乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14H座  
邮政编码: 830002  
电话: (0991)230-6271/6272 传真: (0991)230-6273

### 郑州

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室  
邮政编码: 450007  
电话: (0371)8663-2981/2983 传真: (0371)8663-2982

### 上海

上海市徐汇区宜州路180号华鑫慧享城B2栋  
邮政编码: 200233  
电话: (021)3419-3888 传真: (021)3419-3666

### 成都

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼  
B座12层  
邮政编码: 610063  
电话: (028)8619-8421/8422 传真: (028)8619-8420

### 南京

南京市鼓楼区汉中中路2号亚太商务楼27层B座  
邮政编码: 210005  
电话: (025)8689-0258 传真: (025)8689-0237

### 重庆

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702座  
邮政编码: 400010  
电话: (023)6380-6068/6058 传真: (023)6380-6551

### 武汉

武汉市武昌区临江大道96号武汉万达中心31层3112室  
邮政编码: 430060  
电话: (027) 5908-0488 传真: (027) 5908-0470

### 广州

广州市天河区高唐路230号广电智慧大厦  
邮政编码: 510656  
电话: (020) 3718-3888 传真: (020) 3718-3804

### 昆明

昆明市青年路432号天恒大酒店 908室  
邮政编码: 650021  
电话: (0871)6315-2986/2987 传真: (0871)6315-2991

### 深圳

深圳市福田区天安数码城天展大厦1楼 F2.6-1C  
邮政编码: 518040  
电话: (0755)8340-2852 传真: (0755)8389-3100

### 长沙

湖南省长沙市芙蓉区解放西路188号国金中心T1大楼3115室  
邮政编码: 410005

### 香港

香港九龙尖沙咀海洋中心1028室  
SUITE 1028, OCEAN CENTRE, HARBOUR CITY,  
TSIM SHA TSUI, KOW LOON, HONG KONG  
电话: (00852)2375-4979 传真: (00852)2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439  
400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准  
样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知