

Application News

No. A495

光吸收分析
Spectrophotometric Analysis

电加热氢化物发生-原子吸收光谱法分析白米和河水中的砷和硒

Measurement of Arsenic and Selenium in White Rice and River Water by Hydride Generation-Atomic Absorption Spectrometry (HG-AAS) with Electric Cell Heating

■ 前言

Introduction

氢化物发生法是砷 (As) 或硒 (Se) 等元素在酸性条件下与强还原剂反应, 生成气态氢化物, 再由氬气带入加热的石英管中进行原子化, 测量其吸光度的高灵敏度测定方法。由于不易受到样品中共存的碱金属元素或碱土类金属元素等影响, 在环境分析和食品分析等领域, 氢化物原子吸收发生法同 ICP 发射光谱法、ICP 质谱法都可作为高灵敏度测定砷或硒的方法。

使用原子吸收光谱法时, 通常将氢化物发生器中产生的氢化物气体 (AsH_3 、 H_2Se) 导入到石英吸收池中, 加热进行原子化。吸收池的加热方法有火焰法和电加热法。

电加热法的特点在于不需要火焰法所需的气体 (乙炔、空气), 而得到的砷和硒的灵敏度比火焰法高 1.5 倍左右。

本文向您介绍采用电加热氢化物发生-原子吸收光谱法 (HG-AAS), 对认证标准物质的白米 (NMIJ CRM 7502-a)、河水 (JSAC 0301 (无添加) 和 JSAC 0302 (添加)) 中的砷和硒进行分析的示例。

■ 预处理

Pretreatment

① 白米

用烧杯量取约 1 g 样品, 再用少量的水润湿后加入 10 mL 硝酸, 在加热板上进行加热分解。剧烈的反应结束后加入 5 mL 硝酸和 1 mL 高氯酸, 进行进一步的加热分解。产生白烟后, 加热至近干, 冷却后加入盐酸 (1+1) 5 mL 使可溶性盐类溶解。然后将其转移至容器中, 用纯水定容到 25 mL, 作为样品原液。

取样品原液 10 mL 进行预还原处理。将定容到 20 mL 的溶液作为待测样品。砷的预还原处理是加入盐酸、碘化钾和抗坏血酸, 硒是加入盐酸。分别将定容到 20 mL 的溶液作为待测溶液。

② 河水

取 10 mL 河水样品, 与白米同样地进行预还原处理, 将定容到 20 mL 的溶液作为待测样品。

■ 仪器与测定条件

System Configuration and Measurement Conditions

将原子吸收分光光度计 AA-7000、氢化物发生器 HVG-1 和电加热 SARF-16C 原子化马弗炉连接使用。图 1 是外观照片。表 1 为测定条件。

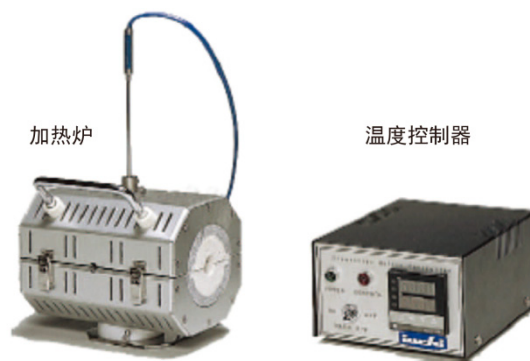


图 1 电加热 SARF-16C 原子化马弗炉
SARF-16C Atomic Muffle Furnace (Electric Cell Heater)

表 1 测定条件
Measurement Conditions

	As	Se
分析波长	193.7 nm	196.0 nm
狭缝宽度	0.7 nm	
背景校正	氬灯法 (D2 法)	
吸收池加热方式	电热式 (800 °C) *	
载气	Ar (约 0.1 L/min)	
积分时间 (重复次数)	5 秒 (n=5)	
试剂浓度	NaBH ₄ 0.4 % (NaOH 0.4 %)	
	盐酸 5 mol/L	
样品导入量	4 mL/min (在 0~7 mL/min 内可变)	
试剂导入量	1.5 mL/min (在 0~2.5 mL/min 内可变)	

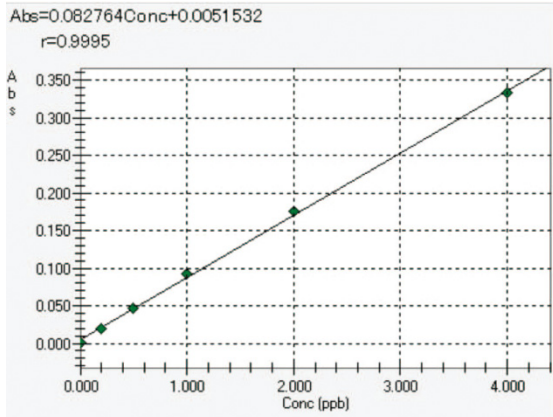
* 电加热式吸收池加热器无法安装在 AA-7000 (火焰和石墨炉) 的双原子化系统中

■ 分析结果

Analytical Results

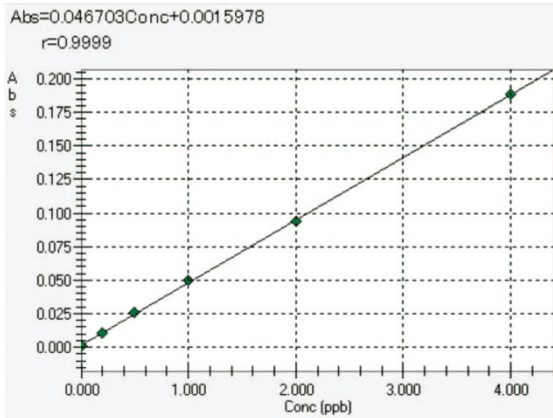
标准曲线和灵敏度

图 2 和图 3 分别是砷和硒的标准曲线。由图可知，砷的测定溶液中的 1% 吸收值（吸光度 0.0043 Abs 的浓度）即检测下限为 0.05 ppb，硒为 0.09 ppb。



动作	样品 ID	设定浓度 (ppb)	吸光度	%RSD
STD-AV	Blank	0.0000	0.0010	134.72
STD-AV	0.2ppb	0.2000	0.0196	2.65
STD-AV	0.5ppb	0.5000	0.0470	2.39
STD-AV	1ppb	1.0000	0.0929	1.87
STD-AV	2ppb	2.0000	0.1747	1.23
STD-AV	4ppb	4.0000	0.3330	1.79

图 2 砷的标准曲线
Calibration Curve for As



动作	样品 ID	设定浓度 (ppb)	吸光度	%RSD
STD-AV	Blank	0.0000	0.0011	78.53
STD-AV	0.2ppb	0.2000	0.0103	17.81
STD-AV	0.5ppb	0.5000	0.0257	4.26
STD-AV	1ppb	1.0000	0.0495	3.12
STD-AV	2ppb	2.0000	0.0941	1.30
STD-AV	4ppb	4.0000	0.1885	2.12

图 3 硒的标准曲线
Calibration Curve for Se

分析结果

表 2 为白米的测定结果；表 3 为河水的测定结果。由表可知，所有样品的测定结果均与认证值一致。

表 2 白米中砷和硒的测定结果
Measurement Results of As and Se in White Rice

白米 (NMIJ CRM 7502-a)

元素	As	Se
认证值 (mg/kg)	0.109	—
测定值 (mg/kg)	0.101	0.01
% RSD (n = 5)	1.7 %	8.5 %

表 3 河水中砷和硒的测定结果
Measurement Results of As and Se in River Water

JSAC 0301-3 (无添加)

元素	As	Se
认证值 (µg/L)	0.20	(0.08) *
测定值 (µg/L)	0.21	<0.2
% RSD (n = 5)	7.4 %	—

* (参考值)

JSAC 0302-3 (添加)

元素	As	Se
认证值 (µg/L)	5.2	5.0
测定值 (µg/L)	5.1	5.3
% RSD (n = 5)	1.5 %	1.0 %

■ 总结

Conclusion

综上所述，使用原子吸光分光光度计 AA-7000 和电加热氢化物发生法，无需使用火焰式所需的气体（乙炔、空气）便可高灵敏度地分析食品和环境水中的砷和硒。