

文章编号: 0254-5357(2007)06-0509-02

# 原子荧光光谱分析环境样品中砷锑铋汞易出现的问题及解决方法

吴海涛

(海口市水务集团, 海南海口 570203)

**摘要:** 针对原子荧光光谱法测试砷锑铋汞中易出现的仪器空白不稳定、样品制备及仪器污染等问题, 总结出相应的解决方法。

**关键词:** 原子荧光光谱法; 仪器零点; 样品制备; 仪器污染

**中图分类号:** O657.31      **文献标识码:** B

## Problems in Determination of As, Sb, Bi and Hg by Atomic Fluorescence Spectrometry and Their Settlements

WU Hai-tao

(Haikou Water Bureau of Hainan Province, Haikou 570203, China)

**Abstract:** The common problems in determination of As, Sb, Bi and Hg by atomic fluorescence spectrometry, such as instability of instrumental blank, inadequate sample decomposition, pollution of instrument and etc. were discussed in this paper. And the methods for solving these problems were also proposed.

**Key words:** atomic fluorescence spectrometry; instrumental blank; sample preparation; instrumental pollution

原子荧光分析环境、地质样品中砷、锑、铋、汞<sup>[1-4]</sup>, 其灵敏度高、稳定性好, 是目前广泛使用和较为理想的一种分析方法。特别是近几年来推出的采用特制高强度空心阴极灯光源、屏蔽式石英原子化炉、微机进行仪器控制和数据采集, 大大提高了分析的稳定性和可靠性, 进一步提高了生产效率, 保证了分析数据的准确性。

笔者长期从事原子荧光光谱分析, 参考已有文献<sup>[5-6]</sup>, 总结出在用原子荧光光谱分析 As、Sb、Bi、Hg 的日常工作中易出现的仪器测定空白荧光强度高或不稳定、样品制备及仪器污染等问题的解决方法。

### 1 问题及解决方法

#### 1.1 仪器测定空白不稳定

##### 1.1.1 问题

如果在仪器电路畅通、待测元素空心阴极灯光源正常、灯电流选择适当的情况下, 选择适合条件的空白判别数值后, 测定空白多次仍不能通过; 即使空白通过后, 重新再测定, 前后测定空白值差别较大。这种情况下, 不能准确反映空白的真实情况, 从而影响测定数据的准确性。

##### 1.1.2 检查及解决方法

针对这一问题, 应先检查仪器的稳定性, 然后进行以下检查。

(1) 仪器空运行检查。用黑纸胶布挡住光电倍增管的检测窗口, 启动蠕动泵, 不进液, 进行空白值检测, 双道检测荧光强度应在 30~50 格, 或更低。去掉黑纸胶布进行检测, 因有炉温热光(石英原子炉正常升温), 空运行荧光强度在 70~80 格(小于 100 格即可)。Hg 元素的空白检测荧光强度值可能要大于 100 格。

(2) 石英原子化炉检查。首先查看炉芯内是否掉进明显的异物, 若有, 则将异物取出, 用空白液调试, 如还是不稳定, 关机, 待炉温下降、石英炉芯冷却后, 取出炉芯, 采用热的稀王水浸泡, 除去附着的脏物, 晾干石英炉芯, 或更换新的石英炉芯。这是因为测定一段时间后, 炉芯容易粘上残留的氢化物污染物, 特别是现在使用的双层炉芯, 若载气口较小, 最容易出现载气口附着脏物, 影响气流和元素的原子化, 产生被测元素自熄, 测定时出现没有荧光强度或荧光强度很小(条件正常情况下)。此时将炉芯卸下, 稀酸浸泡清洗后, 重新安上炉芯, 调整好炉芯的高度, 再测定空白, 仪器会很稳定, 空白荧光强度可以控制在 100 格左右。

(3) 载气流量检查。载气流量出厂时均已调好, 一般

收稿日期: 2007-08-20; 修订日期: 2007-09-16

作者简介: 吴海涛(1957-), 男, 吉林白山人, 工程师, 原在新疆地矿局实验室从事原子荧光分析工作。E-mail: hkwhuht@gmail.com.

情况下不会发生变化,但出现以下情况会发生改变。由于出厂运输的颠簸,使调整好的阀门螺丝松动,出现变化;也有可能长期使用后气流冲动引起变化,使得气流量变化。曾经发生过使用的仪器出现测定荧光强度变小的情况,经检查发现,设置的屏蔽气流量 1000 mL/min,实测仅 300 mL/min。载气流量的变化,可经校正使其恢复原流量水平,测定空白时的数值的稳定性明显提高;当设定的空白辨别值很小时,也能顺利通过。

### 1.2 样品制备

样品制备是保证测试结果准确性和稳定性的重要环节,既要保证样品分解完全,又要保证 As、Sb、Bi、Hg 不因水解、挥发而损失。

#### 1.2.1 问题

样品测定时,一般采用王水溶矿,在王水介质中测定 Hg、Bi,需分取部分试液,在 HCl 介质中,用硫脲-抗坏血酸作预还原剂,将 As(V)、Sb(V)还原成三价后,进行氢化反应测定。由于硫脲-抗坏血酸还原剂不影响 Hg、Bi 的测定,目前多采用王水介质中直接用硫脲-抗坏血酸进行预还原,实现同一份溶液 4 个元素的测定,提高工作效率;但这样处理,如果酸度过大,由于 HNO<sub>3</sub> 的氧化作用使得溶液出现棕黑色,易出现还原不彻底,导致砷、锑的结果偏低。

#### 1.2.2 解决方法

用王水溶矿后,先测定 Hg、Bi,然后直接加硫脲-抗坏血酸固体试剂(先将试剂研细,必须加足够量的还原剂)还原 As、Sb 后再测定,既可实现同一份溶液 4 个元素的测定,又不会出现还原不彻底的现象。As、Sb 还原还受温度的影响,气温太低时,也容易出现还原不彻底而影响测定,所以注意工作间保持一定的温度,最好不要低于 20℃,还原的时间不能少于 30 min。

### 1.3 高含量样品污染仪器问题

#### 1.3.1 问题

环境样品分析,一般元素含量在地球背景值附近。对于含量较高的元素含量,一般也不会超出检测范围,即使有

极少的样品超出检测范围,稀释后也能测定。在实际分析工作中,偶尔遇到过含量特高的样品,经化学分析,质量分数达到了百分之几,仅一个样品就出现了污染仪器的情况,当时即出现空白溶液荧光强度溢出,使测定无法进行。由于记忆效应,虽然用 1.2 mol/L HCl 直接清洗了很长时间,但空白溶液荧光强度仍降不下来,只有把仪器的毛细管、石英炉芯、气-液分离器等均用 HNO<sub>3</sub> 和 KMnO<sub>4</sub> 溶液进行浸泡处理后,再用 HCl 浸泡几天,空白值才下降,恢复正常。

#### 1.3.2 解决方法

对这类样品,在接收样品时,对该样品的采样情况要有所了解。如是矿区剖面样,最好先用光谱分析进行筛选,含量特高的样品用化学分析法进行测定。对化学分析法不能检测的样品,先进行稀释后再测定,这样可以减少样品对仪器的污染,避免仪器损坏。

## 2 结语

在实际生产中,如果能够注意到以上的问题,并选择好仪器的最佳匹配条件、最佳灵敏度,测定样品是会很顺利地得出准确、可靠的分析结果,保证高水平的分析质量。

## 3 参考文献

- [1] 卢青,张争京,李红霞.用原子荧光法同时测定砷锑铋汞[J].黄金地质,2002(1):75-77.
- [2] 徐爱琴.原子荧光光谱法快速测定样品中的砷锑铋汞[J].安徽农业科学,2001(3):415-416.
- [3] 孙伟.原子荧光光谱法快速测定化探样品中的微量砷锑铋汞[J].光谱实验室,2001,18(4):513-516.
- [4] 李晓红.原子荧光光谱法测定化探样品中砷锑铋汞[J].理化检验:化学分册,1999,35(3):119-120.
- [5] 徐爱琴.原子荧光光谱法测砷锑铋汞中一些问题及解决方法[J].岩矿测试,2001,20(1):79-80.
- [6] 齐素芬.AFS-2202 双道原子荧光计测定砷锑铋汞中应注意的几个问题[J].岩矿测试,2006,25(2):197-198.