



# 原子荧光测饮用水中砷的含量

## 1、前言

生活饮用水是人类生存不可缺少的要素。其中砷是水中具有蓄积作用的有毒有害元素，在生活饮用水中都被列为重点检测指标。为了确保居民供给安全和卫生的饮用水，我国卫生部颁布了《生活饮用水卫生标准》，它是关于生活饮用水安全和卫生的技术法规。《生活饮用水标准检验方法》中将原子荧光法作为了一种重要检测手段。其中 GB/5750.5 2006 规定了用原子荧光法测定生活饮用水及其水源水中砷的含量。我们采用该标准方法对生活饮用水进行了测定。

## 2、原理

在酸性条件下，三价砷与硼氢化钾反应生成砷化氢，由载气（氩气）带入石英原子化器，砷化氢分解为原子态砷。在特制的砷空心阴极灯的照射下，基态砷原子被激发至高能态，去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，在一定浓度的范围内，其荧光强度与砷的含量成正比，因此可通过测定标准曲线求出未知样品中砷含量。

## 3、试剂及标准溶液

3.1 盐酸（ $\rho = 1.19\text{g/mL}$ ），优级纯。

3.2 盐酸溶液（5+95）。

3.3 氢氧化钾溶液（2g/L）。

3.4 硼氢化钾溶液（20g/L）。

3.5 硫脲-抗坏血酸溶液：称取 10g 硫脲加约 80mL 纯水，加热溶解，冷却后加入 10g 抗坏血酸，稀释至 100mL。

3.6 砷标准储备液：[ $\rho(\text{As}) = 1000\ \mu\text{g/mL}$ ]：购自国家钢铁材料测试中心。

3.7 砷标准中间溶液：[ $\rho(\text{As}) = 1.00\ \mu\text{g/mL}$ ]：吸取 0.05mL 砷标准储备液（3.6）于 50mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

3.8 砷标准使用溶液：[ $\rho(\text{As}) = 0.10\ \mu\text{g/mL}$ ]：吸取 5mL 砷标准中间溶液（3.7）于 50mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

## 4、仪器

4.1 AF-7500 型双道氢化物-原子荧光光度计。

4.2 砷空心阴极灯。



## 5、分析步骤

### 5.1 仪器工作条件

参考仪器说明书将仪器工作条件调整至测砷最佳状态，原子荧光工作条件见表 1

表 1 原子荧光工作条件

项目	条件
原子化炉温度/°C	300
载气/ (mL/min)	100~200
屏蔽气/ (mL/min)	400~600
灯主电流/mA	90
灯辅电流/mA	50
负高压/V	300~360

### 5.2 样品测定

吸取 10mL 水样于样品管中，加入 1mL 盐酸 (3.1) 1mL 硫脲-抗坏血酸溶液 (3.5)，摇匀，放置 15min，上机检测。

### 5.3 校准曲线的绘制

分别吸取砷标准使用溶液 (3.8) 0mL, 0.1mL, 0.3mL, 0.5mL, 0.7mL, 1mL, 2mL 于容量瓶中，用纯水定容至 10mL，此时砷的浓度为 0 ng/mL, 1.0 ng/mL, 3.0 ng/mL, 5.0 ng/mL, 7.0 ng/mL, 10.0 ng/mL, 20 ng/mL，分别向这一系列的标准溶液中加入 1mL 盐酸 (3.1) 1mL 硫脲-抗坏血酸溶液 (3.5)，摇匀，放置 15min，按 5.2 步骤操作。以标准系列的浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制校准曲线。

### 5.4 结果计算

以所测样品的荧光强度，从标准曲线或回归方程中查得样品溶液中砷浓度。通过几次测定结果求其平均值进行计算。

### 5.5 精密度

实验室测定含一定浓度砷的水样，测定 8 次，其相对标准偏差均小于 2.5%。

### 5.6 准确度

实验室测定加标回收率结果：向含一定浓度砷的水样中，加入适量砷的标准溶液测定 8 次其回收率为 104.7~ 106.4%。

## 6、结论

通过本次实验表明，采用原子荧光法测定饮用水中砷的含量具有灵敏度高、线性范围宽、分析速度快、重现性好，是一种值得推广应用，具有较大使用价值的分析技术。

## 7、注意事项



7.1 容量瓶等玻璃器皿均用稀硝酸浸泡冲洗后使用，防止污染。

7.2 处理好的待测样品必须用硫脲-抗坏血酸溶液预先还原五价砷至三价，且还原时间以15min 以上为宜。如室温低于 15℃，放置 30min 待测。

## AF-7500 原子荧光分析报告

样品名称：饮用水

分析元素：砷

### 【仪器参数】

原子化炉温度/℃：300

屏蔽气/ (mL/min)：450

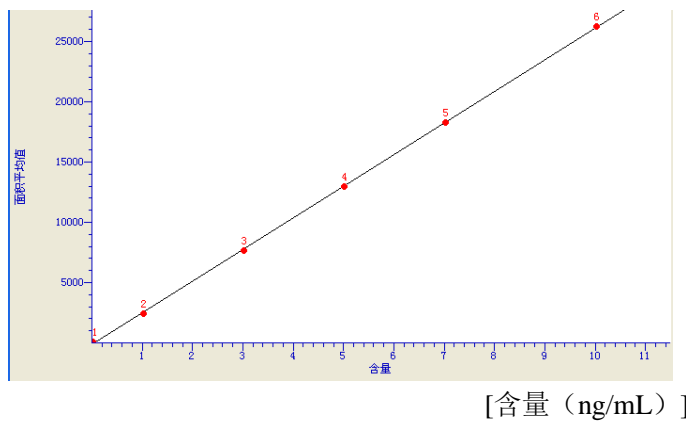
灯主电流/mA： 90

载气/ (mL/min)：150

灯辅电流/mA：50

负高压/V：300

### 【分析结果】



曲线方程： $Y=2625.18925X-98.82009$

相关系数：0.99992

### 样品表数据

序号	测量对象	测量次数	含量 (ng/mL)	面积平均值	实际含量 (ng/mL)
1	空白	4	0.0000	105.0000	
2	标样	4	1.0000	2454.0000	
3	标样	4	3.0000	7654.0000	
4	标样	4	5.0000	12931.5000	
5	标样	4	7.0000	18261.0000	
6	标样	4	10.0000	26256.5000	
7	样品	4	0.2421	536.6667	0.2421
8	样品	4	0.2362	521.3333	0.2362
9	样品	8	0.77105	1925.25	0.77105

分析人：王洁

日期：2010年7月13日