

## 解决方案 | 废水中砷元素的测定

砷是自然界中普遍存在的元素，砷的化合物有剧毒性，在制药、氮肥、冶炼和焦化等工业废水中均含有砷的化合物，砷容易在人体内积累，造成急性或慢性中毒，在环境监测中，砷是常规化验项目之一，要做好砷的测定，不能仅仅做到“照方发药”。

测定砷的方法有原子吸收法、本文参考 **HJ 694-2014** 《水质 汞、砷、硒、铋和锑的测定 原子荧光法》建立了原子荧光法测定废水中砷元素的方法，供相关人员参考。

### 实验部分

#### 试剂与仪器

AF-7550 型原子荧光光度计（配 As 空心阴极灯）

盐酸（HCl）

硝酸（HNO<sub>3</sub>）

高氯酸（HClO<sub>4</sub>）

氢氧化钠（NaOH）

硼氢化钾（KBH<sub>4</sub>）

硫脲（CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S）

抗坏血酸（C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>）

As 国家标准物质。

## 实验原理

经预处理后的试液进入原子荧光仪，在酸性条件的硼氢化钾（或硼氢化钠）还原作用下，生成砷化氢，氢化物在氩氢火焰中形成基态原子，其基态原子和砷灯发射光的激发产生原子荧光，原子荧光强度与试液中待测元素含量在一定范围内成正比。

## 实验条件

<b>分析通道</b>	A 通道	<b>采样周期</b>	40ms
<b>积分周期</b>	30s	<b>平滑效果</b>	20ms
<b>炉温度</b>	200 °C	<b>炉高度</b>	0mm
<b>负高压</b>	350V	<b>灯主电流</b>	60mA
<b>灯辅电流</b>	40mA	<b>载气流量</b>	100 mL/min
<b>屏蔽气流量</b>	400mL/min		

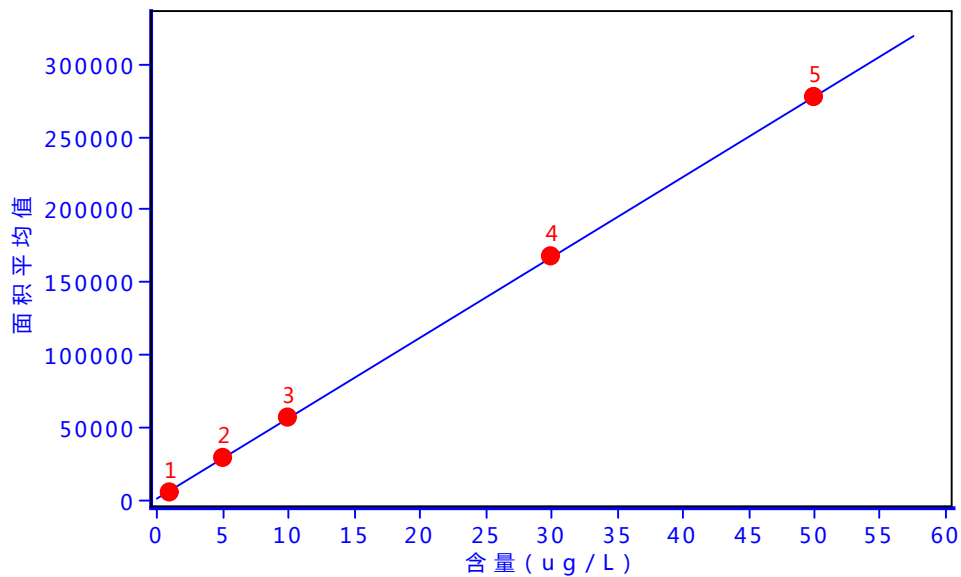
## 样品处理

量取 50.0mL 混匀后的样品于 250mL 锥形瓶中，加入 5mL 硝酸-高氯酸溶液（1+1 现配现用），于电热板上加热至冒白烟，冷却。再加 5mL 盐酸溶液（1+1），加热至黄褐色烟冒尽，冷却后移入 50mL 容量瓶中，加水稀释定容，摇匀，待测。同时以水代替样品，制备空白试样。（当取样量为 25mL 时，按比例减少酸试剂的用量）。

测定时量取 10mL 样品处理液至 25mL 比色管中，加入盐酸 1.3mL，10%硫脲+10%抗坏血酸溶液 5.0mL，用水稀释定容，混匀，待测。当测试液超过标曲高浓度点时，需对样品消解液再稀释后进行测定。

## 实验结果

### 标准曲线



校准曲线： $Y = 5543.85037X + 1109.33954$  相关系数: 0.99998

### 样品检测

单位： $\mu\text{g/L}$

	测试值	RSD (%)
<b>1-1</b>	54.8328	0.05
<b>1-2</b>	53.6761	0.28
<b>平均值</b>	54.25	

## 实验总结

本文通过双道氢化物原子荧光光谱法建立了水样中砷元素的测定方法。该方法的线性相关系数为 0.99998.标样的重复性在 0.36%~1.72%之间。样品检测同时行平行样测试。由实验结果表明,该分析方法具有精密度好、准确度高、检出限低等优点,符合测试要求,适合水样中砷的批量分析。