原子荧光光谱法测试三氧化二梯中的砷

**前言：** 三氧化二锑是最常用的阻燃协效剂之一，它可以通过内部吸热反应降低燃烧温度，并在材料表面形成保护膜隔绝空气，从而起到阻燃作用；三氧化二锑作为一种优良的无机白色颜料，主要用于油漆的着色；它也用于玻璃工业作为脱色剂；三氧化二锑可以用作催化剂，在医药领域它曾被用作治疗血吸虫病的药物，并在兽医药剂中用作反刍动物的皮肤调节剂[；](https://caifuhao.eastmoney.com/news/20230801180740996732010" \t "_blank)综上所述，三氧化二锑因其独特的化学性质，在阻燃、颜料、催化等多个领域发挥着重要作用

目前测定方法有砷钼蓝分光光度法、电感藕合等离子体光谱法、氢化物发生原子吸收光谱法、极谱法等。其中有些法方法操作繁琐、费时并且使用大量有机试剂而对人体和环境造成较大危害，有的需要贵重仪器，有的灵敏度低、准确度差。本文采用湿法消解一原子荧光光谱法对三氧化二锑中砷的测定条件进行了研究。方法简便快速、测试准确、灵敏度高、精密度好。

**一、实验部分**

1.1试剂与样品

硫酸：优级纯

盐酸：优级纯

酒石酸：优级纯

盐酸溶液（1+9）：量取100mL盐酸,缓慢加入到900mL水中,混匀，备用。

还原剂：氢氧化钠溶液（0.5%）+硼氢化钾溶液（1.5%），量取490毫升去离子水，分别加入2.5克氢氧化钠，混匀，然后加入7.5克硼氢化钾，混匀，备用。 硫脲溶液（10%）：称取10克硫脲溶解在去离子水中，并加热溶解，冷却，定容至100毫升容量瓶中，混匀备用。 样品名称：三氧化二锑

1.2主要仪器

原子荧光光度计：PF5-00(北京普析通用仪器有限公司)

电热板：LebTech

1.3样品前处理

称取试样0.1000克样品于100ml烧杯中，以少量水润湿，沿杯壁加入浓硫酸5m1，盖上表面皿，加热保持近沸温度下溶解，取下冷却，加水5ml，冷却至室温，依次加入盐酸(1+1)10毫升，10%酒石酸5毫升，加热溶解，中间摇动几次，使不容物逐步溶解，定容于100m1量瓶中，摇匀。

1.4 仪器测试条件

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 氢化物反应条件 | | |
| 还原试剂： | 1.5% NaBH4(KBH4)溶于0.5%NaOH(KOH)中 | |
| 价态： | 三价 | |
| 标样酸度： | 10%(V/V)盐酸 | |
| 载液： | 5%盐酸 | |
| 测量参数 | | |
| 读数时间（s） | 17 | |
| 延迟时间（s） | 3 | |
| 读数方式： | 峰面积 | |
| 测量方法: | 标准曲线法 | |
| 进样设置 | | |
| 空白判别值（IF）： | 5 | |
| 载液一次进样量（mL）： | 1.5 | |
| 载液二次进样量（mL）： | 1.5 | |
| 样品进样量（mL）： | 1.0 | |
| 载气流量（mL/min）： | 300 | |
| 屏蔽气流量（mL/min）： | 600 | |
| 石英炉温度（℃）： | 200 | |
| 点火方式： | 点火 | |
| 原子化炉高度：（mm） | 8 | |
| 灯电流、负高压设置 | | |
| 负高压（V）： | | 280 |
| B道主灯电流（mA） | | 40 |
| B道辅助灯电流（mA） | | 40 |

1.5标准溶液的制备：

1、砷标准中间液的制备：

砷标准溶液（1.0μg/mL）：准确吸取砷标准溶液（1000μg/mL）0.1mL于100mL容量瓶中，用(5+95)盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。

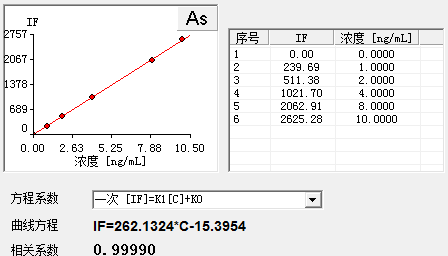
2、砷标准系列的配制：

分别准确吸取砷标准溶液（1.0μg/mL）0.0、0.1、0.2、0.40、0.8、1.0mL于100mL容量瓶中，加入硫脲溶液10毫升，用(1+9)盐酸溶液定容至刻度，得到0.0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0ng/mL的砷标准系列溶液。

3、样品的预处理：

分别准确吸取样品溶液1.00毫升于50毫升容量瓶中，加入硫脲溶液10毫升，用(1+9)盐酸溶液定容至刻度，摇匀，30分钟后测定。

1.6标准曲线



**二、结果与分析**

2.1 检出限和精密度

分析低含量样品时对仪器的灵敏度和稳定性要求比较高，本文首先对仪器的

检出限和精密度进行了分析测定，平行测定11 次空白的标准偏差，以3 倍空白

溶液的标准偏差除以标准曲线的斜率，得到砷元素的检出限，用4ng/ml砷标准溶液平行测定7 次，根据测定值计算精密度，具体结果见下表2 所示。

表2 砷元素的检出限和精密度

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 检测元素 | 检出限（ng/ml） | 精密度(%) |
| 砷 | 0.068 | 0.26 |

结果表明仪器的性能非常好，灵敏度高，稳定性好，可以满足上述低含量样

品的检测要求。

2.2 样品测定结果

按照上述消解步骤，对三氧化二锑2种类型的化学成分样品进行了分析测试， 测试结果与化学成分表的数据对应，准确度良好，具体见下表3 所示。

表3 砷化学成分表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测得值（%） | 化学成分标示值（%） |
| 三氧化二锑1号 | 0.224 | 0.22 |
| 三氧化二锑2号 | 0.232 | 0.23 |

**三、结论**

采用PF5-00原子荧光光谱仪，可以准确测定三氧化二锑中的砷，方法简便、快速、准确度高，稳定性好，标准成分测试准确，可以用于三氧化二锑中砷的测定。