

# 分析高盐样品中的锑 (Sb) 元素 (石墨炉法)

三价锑对人体的危害极大, 因此对于该成分的测定显得尤为重要。

使用ZA3000系列进行样品分析时, 先加热石墨管再注入样品, 不仅可以增加进样量 (最多可注入 100 $\mu$ L), 而且分析灵敏度高。

这里为您介绍将60 $\mu$ L样品和20 $\mu$ L基体改进剂, 共80 $\mu$ L试剂注入石墨管, 以测量微量锑的应用实例。大量注入样品, 可实现高灵敏度、高精度的定量分析。



ZA3000原子吸收分光光度计

## 高盐样品中锑元素的条件设置

### 样品

模拟尿液: JIS T 3214 膀胱留置用导尿管 参照

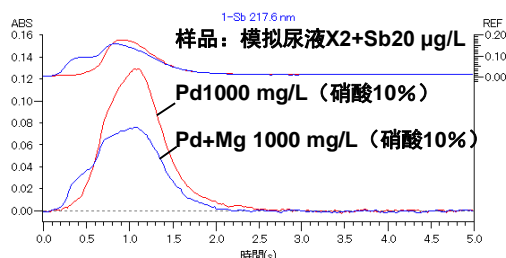
模拟尿液成分	浓度(g/L)
尿素	25.0
氯化钠	9.0
无水磷酸氢二钠	2.5
氯化铵	3.0
磷酸二氢钾	2.5
肌氨酸酐	2.0
亚硫酸钠 (水合物)	3.0

◆ 模拟尿液中钠浓度: 5.4 g/L

◆ 样品: 将模拟尿液稀释2倍, 并向其中加入锑元素 (硝酸5%)

### 基体改进剂配置

- ① Pd1000 mg/L (硝酸10%)
- ② Pd+Mg 1000 mg/L (硝酸10%)



Pd+Mg 1000 mg/L (硝酸10%) 的吸光度低。

⇒使用Pd1000 mg/L (硝酸10%)

### 加热后注入条件设置

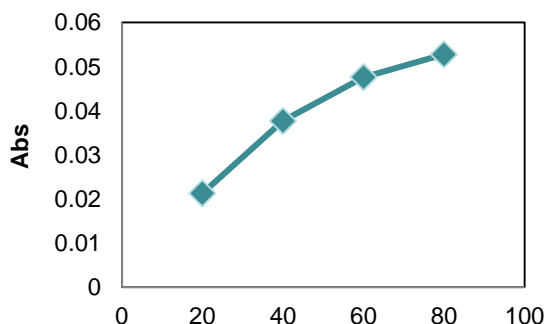
什么是加热后注入?

将石墨管加热至预设温度后注入样品, 这时可抑制样品散开, 由此增加了进样量。



⇒加热注入温度设置为80°C

Sb 5  $\mu$ g/L进样量和吸光度



进样量 ( $\mu$ L)

加热状态下注入样品时, 样品可停滞于石墨管中央, 由此提高了重现性。

⇒进样量设置为60 $\mu$ L

### 灰化、原子化温度设置

可根据温度程序自动生成功能自动设置灰化、原子化温度。

#### 【灰化温度设置】

背景吸收现象主要是由尿样中的钠元素 (5000 mg/L左右) 引起的。

灰化温度 $\leq$ 1000°C时, 背景吸收值偏高, 以至于很难准确测定样品。

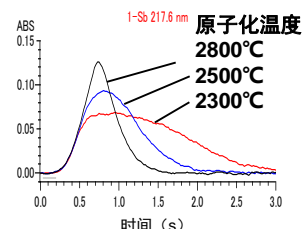
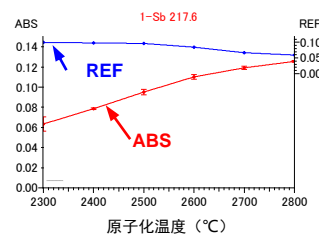
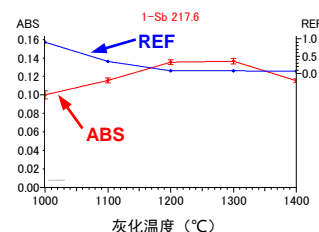
⇒灰化温度设置为1300°C

#### 【原子化温度设置】

不同的原子化温度, 原子吸收信号强度也不相同。

原子化温度 $\leq$ 2500°C时, 信号强度较弱。

⇒原子化温度设置为2800°C



## 分析高盐样品中的锑元素

- ✓按JIS T 3214 膀胱留置用导尿管说明，配置模拟尿液样品。
- ✓标准液是将关东化学社配置的原子吸光用标准液使用0.1%的硝酸稀释而成。

### ■ 测定条件

表1 锑的测量条件

Element	Sb
Instrument	ZA3000
Atomization	GA
Wavelength	217.6 nm
Lamp Current	10.0 mA
Slit Width	0.4 nm
Cuvette	Pyro HR

表2 锑的测量参数

Meas. Mode	Working Curve
Signal Mode	BKG Correction
Curve Order	Linear
Calculation	Peak Height
Time Constant	0.1 sec
Temp. Control	ON

表3 石墨炉自动进样器参数

Sample Volume	60 $\mu$ L
Addition	Speed : 4
Heat Injection Temp.	80 $^{\circ}$ C

表4 锑的温度程序

Stage	Start/ End temp. ( $^{\circ}$ C)	Heating/ holding time (s)	Gas flow rate (mL/min)	Gas
1 Dry	90 / 120	50 / 0	200	Normal
2 Dry	120 / 500	30 / 0	200	Normal
3 Ash	1300 / 1300	20 / 0	200	Normal
4 Atom	2800 / 2800	0 / 5	0	Normal
5 Clean	2800 / 2800	0 / 4	200	Normal

表5 基体改进剂

Matrix Modifier	1000 mg/L Pd (HNO <sub>3</sub> 10%)
Volume	20 $\mu$ L
Order	After

### ■ 测量结果

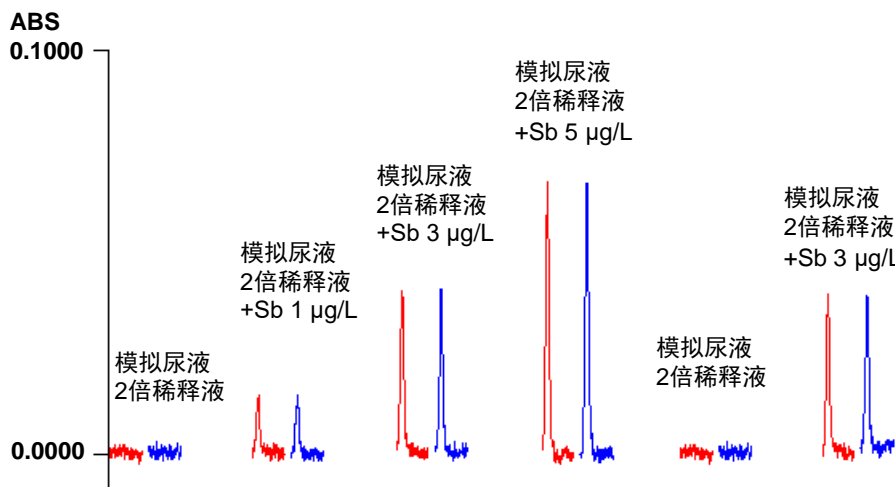


图1 锑的原子吸收曲线图

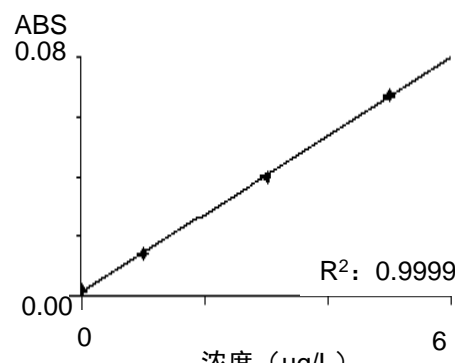


图2 锑的标准曲线图

表5 各样品浓度及吸光度

ID	样品名称	浓度 ( $\mu$ g/L)	吸光度
STD 1	模拟尿液2倍稀释液	0.00	0.0019
STD 2	模拟尿液2倍稀释液+Sb 1 $\mu$ g/L	1.00	0.0141
STD 3	模拟尿液2倍稀释液+Sb 3 $\mu$ g/L	3.00	0.0402
STD 4	模拟尿液2倍稀释液+Sb 5 $\mu$ g/L	5.00	0.0672
UNK 1	模拟尿液2倍稀释液	0.02	0.0017
UNK 2	模拟尿液2倍稀释液+Sb 3 $\mu$ g/L	2.94	0.0399

表6 模拟尿液中锑的测量结果

样品	测量值 ( $\mu$ g/L)	回收率
模拟尿液2倍稀释液	ND (<0.1)	—
模拟尿液2倍稀释液 +Sb 3 $\mu$ g/L	2.9	97.3 %

### 【KEY WORDS】

化学 · 合成品、工业药物、模拟尿液、锑、Sb、Pyro HR、石墨炉、AA, ZA3000, ZA3700, GA, Material