

# Determination of Arsenic, Antimony, Bismuth and Mercury in Geological Samples by Atomic Fluorescence Method

Dexian Zhao

Anhui Provincial Geophysical and Geochemical Exploration Technology Institute, Hefei, Anhui, 230022, China

## Abstract

The elements of arsenic, antimony, bismuth and mercury in geological samples are common in the nature of the surface layer of the earth, and their sources include natural processes and human activities, such as ore mining, industrial production, agricultural fertilization, etc. Due to its high toxicity and easy accumulation properties, it can pose a serious threat to both the environment and human health. The content of arsenic, antimony, bismuth and mercury and their chemical forms are diverse in geological samples, so accurate and rapid determination of their presence and morphological distribution are needed. As an analytical method, it has been widely used to determine arsenic, antimony, bismuth and mercury in geological samples. Based on this, the method of arsenic, antimony, bismuth and mercury in geological samples will be analyzed for reference.

## Keywords

atomic fluorescence method; determination; geological sample

## 原子荧光法测定地质样品中的砷锑铋汞

赵得先

安徽省地球物理地球化学勘查技术院, 中国·安徽 合肥 230022

## 摘要

地质样品中的砷、锑、铋和汞等元素在地球表层的自然界中普遍存在, 其来源包括自然过程和人类活动, 如矿石开采、工业生产、农业施肥等。由于其高毒性和易积聚的特性, 其对环境和人类健康都可能构成严重威胁。砷、锑、铋和汞元素的含量及其化学形态在地质样品中具有一定的多样性, 因此需要准确、快速地测定其存在量以及形态分布。原子荧光法作为一种高灵敏度、高精度的分析方法, 已被广泛应用于地质样品中砷、锑、铋和汞的测定。基于此, 下文将对原子荧光法测定地质样品中的砷锑铋汞的方法进行分析, 以供参考。

## 关键词

原子荧光法; 测定; 地质样品

## 1 原子荧光法的概述

原子荧光法 (Atomic Fluorescence Spectrometry, AFS) 是一项备受青睐的高度选择性分析技术, 广泛应用于地质样品中微量元素的定量检测。其基本原理在于待测元素原子受外界激发能量的作用下, 发生能级跃迁, 由低能级跃迁至高能级, 而后再由高能级跃迁至低能级时, 释放出特定波长的荧光辐射。此技术不仅可以检测土壤中微量元素的存在, 而且还能够对其含量进行精确测定。地质样品中砷 (As)、锑 (Sb)、铋 (Bi) 和汞 (Hg) 元素通常以微量形式存在, 并受土壤特性、环境条件等多种因素的影响<sup>[1]</sup>。因此, 在进行原子荧光法分析之前, 常需对地质样品进行适当的前处理, 如消解、提取等步骤, 以使目标元素转化为可溶性形态,

便于后续的荧光强度检测。这些前处理步骤能够有效提高分析的准确性和灵敏度。在实际应用中, 原子荧光法可用于连续、快速地测定地质样品中多种重金属元素。通过对实验条件的优化, 如选择合适的激发光源、调整荧光检测器参数等, 可以进一步提高测定的准确性和灵敏度。此外, 采用多元素同时测定技术, 还能够缩短分析时间, 提高分析效率。由于其高度选择性和分析速度, 原子荧光法在大规模地质样品的快速分析中具有广泛应用前景<sup>[2]</sup>。

## 2 原子荧光法地质样品中砷锑铋汞的方法步骤

### 2.1 样品前处理

在样品前处理阶段, 包括地质样品的采集、处理和分

析过程, 需要严格按照规范操作, 以确保分析结果的准确性。在地质样品采集过程中, 必不可少的是选用适当的采集工具, 以确保采集的地质样品不受金属污染。因此, 我们建议使用不锈钢铲或塑料铲等材质的工具, 以避免可能带来的金

【作者简介】赵得先 (1990-), 男, 中国安徽六安人, 硕士, 工程师, 从事地质实验测试研究。

属污染对地质样品质量的影响。同时，在采集现场，务必避免接触任何可能导致化学污染的物质，诸如化肥、农药等。这些化学物质的存在可能会对地质样品的纯度造成影响，从而干扰后续的分析结果。另外，为了确保采集的地质样品具有代表性，我们还需注意避免受到地形或土壤类型的局限性影响，确保取样点的广泛性和充分性<sup>[9]</sup>。

在地质样品的干燥处理阶段，一个重要的步骤是将地质样品均匀铺展在无污染的表面上。这样做有利于地质样品充分暴露于空气中，促进水分的挥发，从而加速样品的干燥过程。在干燥过程中，我们需要特别注意保持适宜的温度和湿度，以避免引起样品中有机物的分解或其他化学反应，从而影响后续分析结果的准确性。

针对地质样品的研磨过程，我们应当选择无污染的研磨设备，并将地质样品研磨至均匀细致，以确保后续分析的精确性和可靠性。在研磨过程中，需要避免过度研磨导致样品颗粒大小不一致，这可能会影响后续分析的准确性。因此，在进行研磨操作时，我们应当注意控制研磨的时间和力度，以确保样品的质量和稳定性。

在地质样品的筛选阶段，应当选用合适孔径的筛网进行筛选，以去除地质样品中颗粒过大或过小的杂质。在筛选过程中，需要轻柔操作，避免产生机械损伤，从而影响地质样品的质量。筛选后的样品应当妥善保存，以防止二次污染或其他外部因素的干扰对样品的影响<sup>[4]</sup>。

## 2.2 样品溶解

将样品置于烧杯中，加少许水湿润，再加入2:1王水，盖上表面皿，在电热板上低温溶矿，至5mL左右，然后吹洗表面皿，并用盐酸调节酸度，此举是为了抑制锑元素水解，确保测定准确度。最后定容，之后通常需静置一夜，待其澄清后，方可上机测定。

在溶矿过程中，需注意不可溶干，防止汞过热挥发造成含量损失<sup>[9]</sup>。

## 2.3 原子荧光测定

原子荧光测定过程的关键在于样品的原子化处理，在原子化处理阶段，样品中的目标元素被转化为气态原子或离子态，以便于后续的光谱测定。此环节的关键在于选择适当的原子化方法和参数，以确保样品中目标元素的高效原子化，并最大程度地减少干扰物质对测定结果的影响。

原子荧光测定的另一个关键分析步骤是测定样品溶液中目标元素的荧光信号强度。通常，这一步骤通过将样品溶液置于特定的激发光源下进行。当激发光源作用于样品时，目标元素被激发至激发态，并随后发射特定波长的荧光信号。通过测量荧光信号的强度，并结合标准曲线或内标法进行校准，可以准确地确定样品中目标元素的浓度。在进行原子荧光测定时，研究人员需要注意样品制备过程中可能存在的各种干扰因素。例如，地质样品中可能存在的复杂基质成分、溶液中可能存在的化学干扰物以及仪器本身可能存在的光谱干扰等。因此，在测定过程中需要采取适当的措施，如使用合适的样品预处理方法、优化仪器工作条件以及加标等，以确保测定结果的准确性和可靠性。此外，通过调节负高压、灯电流、炉高等仪器条件，可提高仪器灵敏度<sup>[6]</sup>。

测定过程一般采用盐酸作为载流，硼氢化钾溶液作为还原剂。由于常用的原子荧光光谱仪为双道，因此一般可两种元素同测。鉴于需要将砷、锑由五价还原为三价，所以一般先测定铋、汞，然后在样品中加入硫脲-抗坏血酸作为还原剂，待砷、锑被完全还原后，再对其进行测定<sup>[7]</sup>。测定所使用的仪器条件根据仪器厂家、型号的不同也略有不同，笔者所用原子荧光光谱仪的仪器条件如表1所示。

表1 测定仪器条件

元素	灯电流/mA	负高压/V	炉温/°C	载气流量	屏蔽气流量
As	30	-260	200	300	800
Sb	70	-260	200	300	800
Bi	75	-260	200	300	800
Hg	30	-260	200	300	800

## 2.4 标准曲线法确定浓度

为了建立准确的分析模型，实验前需要制备一系列已知浓度的标准溶液，以覆盖待测元素的浓度范围。在标准溶液制备完成后，实验中首先进行样品预处理。这包括样品的溶解、稀释以及转化为可检测的原子状态的处理步骤。这些预处理步骤的目的是将目标元素从样品基质中分离出来，并转化为适合原子荧光分析的形式。经过预处理后的样品和标准溶液同时通过原子荧光法进行测定，需要注意的是，标准溶液需要与样品有相同的介质环境，这样才能保证样品分析结果的准确度<sup>[8]</sup>。实验中的关键步骤之一是建立标准曲线，

这需要通过测定一系列已知浓度的标准溶液，并绘制出元素浓度与荧光强度之间的关系图。在绘制标准曲线时，需要选择合适的拟合方法，如线性拟合或二次拟合，以确保曲线的准确性和可靠性。标准曲线的建立是后续样品测定的基础，它提供了样品中目标元素浓度的参考依据。在样品测定过程中，先是测量样品的原子荧光强度，然后参照事先建立的标准曲线，确定样品中目标元素的浓度。通过比对样品的原子荧光强度与标准曲线上相应浓度点的对应关系，可以准确地计算出样品中微量元素的含量。

## 2.5 质量控制

质量控制是确保结果准确可靠的关键步骤之一。其中,进行空白样品测定是重要一步,其目的在于排除仪器背景信号和实验操作的潜在干扰。通过事先准备一定数量的不含目标元素的空白样品,并在实验中模拟地质样品的处理过程,然后在同一实验条件下对其进行测量,这样可以更好地了解可能的干扰来源并进行有效控制。此外,标准物质的测定也是质量控制的重要环节之一。通过选取一系列已知浓度的标准物质,尤其是涵盖待测元素浓度范围并与地质样品相似的物质,我们可以验证分析方法的准确性和可靠性。在实验中,标准物质需按照同样的处理方法进行测量,并与标准曲线进行比较,以评估分析方法的准确度和灵敏度<sup>[9]</sup>。

## 2.6 数据处理

在数据处理阶段,为确保数据的准确性和可靠性,需要进行多项处理步骤:首先,数据校正和修正是关键步骤之一。这涉及校正仪器的零点漂移和背景噪声等影响因素,以保证测量结果的准确性。同时,需要进行基线校正以消除干扰,确保提取的荧光峰信号与目标元素浓度相关联。其次,在拟合样品光谱时,需要采用适当的数学模型,以提取目标元素的荧光峰信号。在这一过程中,需要考虑吸收、散射等光学效应的修正,以获得准确的目标元素浓度值。这些修正确保了最终结果的准确性和可靠性。最后,数据处理阶段还包括对质量控制数据的分析和评估。这包括对样品分析过程中的质量控制样品进行检测,如空白样品和标准参考物质等。通过比较实测值与标准值的偏差,评估分析过程的稳定性和可靠性,并进行必要的校正和调整<sup>[10]</sup>。

待测元素含量以质量分数  $\omega$  计算,单位为  $\mu\text{g/g}$  或  $10^{-6}$ ,按公式(1)进行计算:

$$\omega = \frac{(m-m_0) \times k}{m_s} \quad (1)$$

式中:  $m$ ——从标准曲线上查得的样品中待测元素质量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——从标准曲线上查得的样品空白中待测元素质

量,  $\mu\text{g}$ ;

$k$ ——稀释倍数;

$m_s$ ——样品质量,  $\text{g}$ 。

## 3 结语

总之,原子荧光法作为一种快速、准确的测定方法,在地质样品分析测试与评估领域具有广泛的应用前景。通过不断优化实验条件和技术手段,我们可以进一步提高该方法的测定准确性和分析效率,为地质工作提供有力的技术支持。同时,我们也应该意识到,在实际应用中,还需要关注潜在的干扰因素,并采取相应措施来消除或减小它们的影响,以确保测定结果的准确性和可靠性。

## 参考文献

- [1] 周燕,鄢小勇,易永,等.氢化物原子荧光法同时测定土壤中砷、汞的方法研究[J].江西化工,2023(6):20-23.
- [2] 潘崇双.高原条件下原子荧光法测定土壤中的砷和汞[J].西藏农业科技,2023,45(3):37-41.
- [3] 章斐,陶哲甫,许晓艳,等.水浴消解-氢化物发生原子荧光法测定土壤中的汞和砷[J].绿色科技,2023,25(8):162-166.
- [4] 杨宝红,鄢中妮,熊福平,等.微波消解-原子荧光光谱法同时测定人体血液中砷和汞[J].化工管理,2024(8):69-71+89.
- [5] 吴志华,张斯益.原子荧光光谱法检测食用鱼中汞、砷含量[J].食品安全导刊,2024(6):47-49+53.
- [6] 雷红琴,牛鸣光,尚爽,等.全自动消解-原子荧光法测定管网水中硒和砷[J].饮料工业,2024,27(1):32-35.
- [7] 姜梦云,刘旭,衣然.4种前处理方法-原子荧光光谱法测定螺旋藻中总砷含量[J].食品安全导刊,2024(3):56-58.
- [8] 王陈敏.简述原子荧光光度计测定土壤中总汞盲样方法优化及常见故障的处理方法[J].清洗世界,2023,39(12):41-43.
- [9] 张睿.关于生活饮用水中金属元素检测方法分析及质量控制探讨[J].当代化工研究,2024(4):50-52.
- [10] 饶丽丽,李凡露,张晖,等.热分解-汞齐化富集-冷原子吸收分光光度法测定工业废盐中的汞含量[J].江西化工,2024,40(1):92-95.