

安捷伦原子吸收

热点应用选集



目录

安捷伦原子吸收产品解决之道	3
安捷伦火焰原子吸收应用实例	6
采用快速序列模式 (FS) 检测土壤中的 Cu、Zn、Ni 和 Cr	6
采用快速序列模式 (FS) 检测水中的 Cu、Mn、Fe 和 Zn	8
采用安捷伦火焰原子吸收系统测定汽油中的 Pb	10
采用安捷伦火焰原子吸收 + 智能化样品在线导入系统 SIPS 20 测定钢铁样品中的多种元素	12
安捷伦石墨炉原子吸收应用实例	14
高酸度样品下的石墨炉系统基体耐受性以及稳定性测试	14
采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测水产品中的多种元素	16
采用安捷伦石墨炉原子吸收系统测定高温元素	18
采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测中药样品中的 Pb 和 Cd	20
采用石墨炉原子吸收法通过悬浮进样快速测定粮食中的 Cd	22
采用石墨炉加氧直接测定法检测奶粉中的 Pb	24
采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测土壤中的 Pb 和 Cd	26

安捷伦原子吸收产品解决之道

安捷伦科技是化学分析仪器领域的领导者。从 20 世纪 60 年代推出世界上第一台原子吸收光谱仪开始，安捷伦在原子吸收分析领域的研发从未停止脚步。今天，拥有多项专利的安捷伦原子吸收光谱仪更是在各行各业为客户提供了丰富的元素分析解决方案。

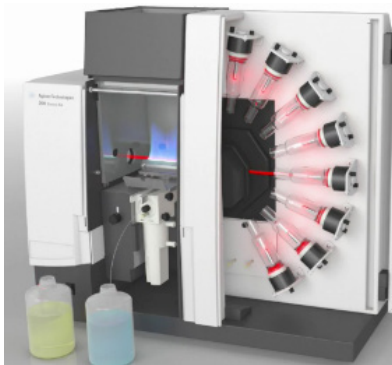
客户在使用原子吸收产品的过程中，可能会遇到多元素测试耗时长、复杂基体测试准确度差，数据不稳定等问题。本文通过典型应用实例，帮助您了解各个行业在面对各种复杂基质、分析难点时，安捷伦原子吸收的解决之道。



客户困扰：火焰/石墨炉切换带来大量的调试时间以及对系统稳定性的担忧

安捷伦解决之道：DUO 系列产品，实现真正的火焰和石墨炉同时分析

安捷伦 AA DUO 系列原子吸收系统自诞生以来，即被公认为是最高效的原子吸收系统，开创了火焰原子吸收 (FAAS) 和石墨炉原子吸收 (GFAAS) 同时分析的先河。两套完全独立的光学系统，无需光路切换，保证了火焰和石墨炉分析卓越的稳定性。



客户困扰：在样品或元素数量众多的情况下，原子吸收系统分析效率低下，溶液配制繁琐费时，且超范围样品需要重新进样

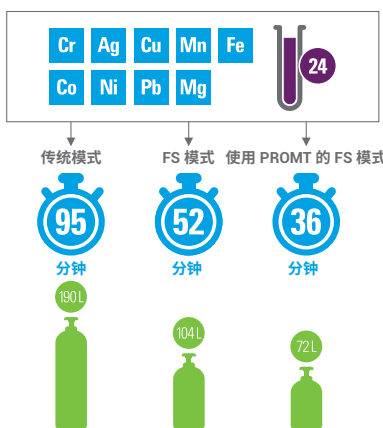
安捷伦解决之道：快速序列模式 (FS) + 样品在线导入系统 (SIPS)

快速序列式火焰原子吸收系统 — 具有单道 ICP 的分析速度与效率

快速序列模式通过一次进样即可完成多个元素的检测，从而：

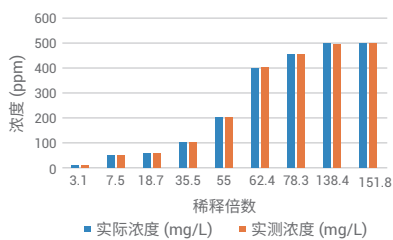
- 大大提高分析效率
- 降低运行成本
- 减少样品的用量

2 分钟内测量一个样品中的 10 种元素，只消耗不到 10 mL 样品

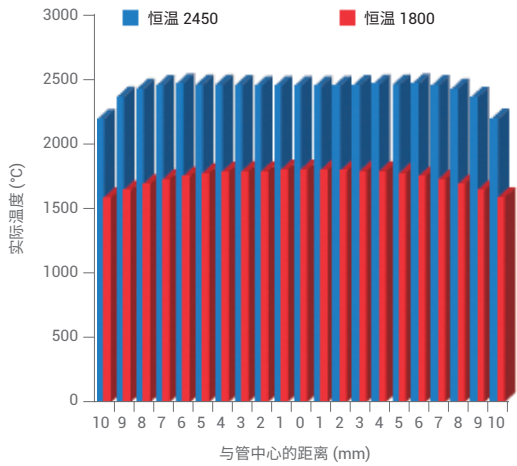


功能强大的样品在线导入系统 SIPS 10/20:

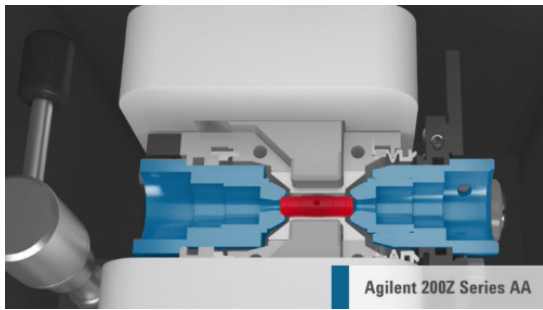
- 仅需配置最高浓度标准溶液，即可自动制作多点标准曲线
- 样品自动在线预稀释，智能自动稀释超范围样品
- 优异的稀释准确度，稀释误差 < 2%
- 具有在线内标加入、在线标样加入和在线基质改性剂加入功能



SIPS 20 在不同稀释倍数下的稀释性能。显示了优异的稀释准确度，最大稀释误差仅 1.2%



石墨管中部“恒温区”技术

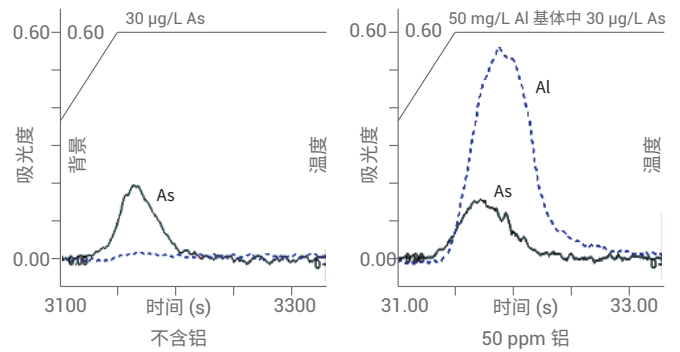


横向塞曼扣背景技术

客户困扰：石墨炉分析中，面对复杂的样品基质，如何排除干扰，获得稳定而准确的检测结果

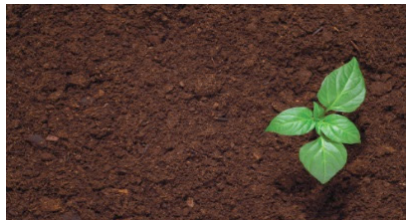
安捷伦解决之道：快速、稳定、准确的石墨炉系统

- 采用独特的石墨炉恒温区 (CTZ) 技术，可实现快速控温和卓越的加热均匀度，从而获得高灵敏度和精密度
- 采用横向交流调制塞曼扣背景技术，在整个原子化器中施加磁场，避免直流（永久性）磁体存在的灵敏度损失，从而最大程度提高光通量



30 µg/L As 在无基体和 50 mg/L Al 基体下得到的石墨炉测定结果的比较：在 50 mg/L Al 造成的高背景吸收下，依然能准确测试痕量的 30 µg/L As

采用快速序列模式 (FS) 检测土壤中的 Cu、Zn、Ni 和 Cr



检测难点

面对大量土壤样品，如何高效完成检测任务是实验室的一大课题。

传统火焰原子吸收系统每次吸入样品只能检测一种元素，这意味着测量多元素需要多次循环吸入样品。在需要检测的元素和样品较多的情况下，此操作费时费力。

安捷伦解决方案

安捷伦快速序列火焰原子吸收系统可通过一次进样实现多元素分析。在分析过程中，所有空心阴极灯均开启，高速反射镜驱动装置可根据需要迅速切换至合适的空心阴极灯。“气锤式”气体控制系统能瞬间改变气流，在最佳条件下对每种元素进行分析。从而大大提高分析效率，降低运行成本，并尽可能减少所需的样品量，同时降低试剂和处理成本。

Tube	Sample Labels	K 766.5 mg/L	Na 589.0 mg/L	Cr 357.9 mg/L	Ag 328.1 mg/L	Cu 324.8 mg/L
1:1	Sample 001	0.4600	0.1677	3.516	0.768	4.793
1:2	Sample 002	0.6875	0.2637	3.060	0.095	4.303
1:3	Sample 003	0.4133	0.0197	0.546	0.277	0.795
1:4	Sample 004	0.3946	0.1167	0.268	0.695	2.795
1:5	Sample 005	0.2789	0.3627	2.553	0.186	3.668
1:6	Sample 006	0.1840	0.3122	4.519	0.608	0.470
1:7	Sample 007	0.4169	0.0057	0.364	0.083	2.086

传统火焰模式：一次进样仅测量一个元素，多元素需要多次循环进样，速度慢

Tube	Sample Labels	K 766.5 mg/L	Na 589.0 mg/L	Cr 357.9 mg/L	Ag 328.1 mg/L	Cu 324.8 mg/L
1:1	Sample 001	0.4206	0.0978	4.332	0.214	0.273
1:2	Sample 002	0.1941	0.0690	0.234	1.175	3.191
1:3	Sample 003	0.4251	0.0246	1.567	0.231	3.673
1:4	Sample 004	0.7545	0.1750	2.831	1.110	3.390
1:5	Sample 005	0.4429	0.2359	4.896	1.380	3.693
1:6	Sample 006	0.6047	0.1407	3.123	1.197	2.229
1:7	Sample 007	0.3449	0.0703	OVER	1.386	3.029

快速序列模式：一次进样分析全部元素，元素间分析条件气锤式快速稳定切换

采用快速序列模式 (FS) 检测土壤中的 Cu、Zn、Ni 和 Cr

结果与讨论

本实验对 GSS 系列土壤国家标准物质进行检测。从下表中可以看出，测量值与标准值吻合良好。检测 8 个样品中的 4 种元素只需约 15 分钟，相比于传统原子吸收系统可节省大约 50% 的时间和气体消耗量。

采用快速序列模式测定土壤中 Cu、Zn、Ni 和 Cr 的分析条件

	Cu	Zn	Ni	Cr
灯电流 (mA)	10	10	10	10
波长 (nm)	324.8	213.9	232.0	357.9
狭缝宽度 (nm)	0.5	0.2	0.2	0.2
火焰类型	空气-乙炔			
乙炔流量 (L/min)	2.0	2.0	2.0	2.0
空气流量 (L/min)	13.5	13.5	13.5	13.5
元素灯	安捷伦多元素灯			

土壤中 Cu、Zn、Ni、Cr 标准物质的测定结果

		Cu	Zn	Cr	Ni
GSS-4	测量值	40.97	199.08	371.48	60.77
	标准值	40±3	210±13	370±16	64±5
GSS-8	测量值	24.67	67.77	64.51	29.97
	标准值	24.3±1.2	68±4	68±6	31.5±1.8
GSS-9	测量值	25.20	59.78	72.92	32.74
	标准值	25±3	61±5	75±5	33±3
GSS-11	测量值	21.41	63.81	57.02	24.89
	标准值	21.4±1.2	65±5	59±3	25.4±1.3
GSS-13	测量值	22.29	65.56	63.26	28.65
	标准值	21.6±0.8	65±3	65±2	28.5±1.2
GSS-21	测量值	24.52	67.78	50.68	27.30
	标准值	24±1	66±3	55±5	28±1
GSS-23	测量值	31.61	94.61	82.34	37.73
	标准值	32±1	97±3	82±4	38±1
GSS-24	测量值	27.20	80.28	62.36	24.86
	标准值	28±1	81±2	62±2	24±1

采用快速序列模式 (FS) 检测水中的 Cu、Mn、Fe 和 Zn



检测难点

传统火焰原子吸收系统每次吸入样品只能检测一种元素。如果需要对大批量样品中的多种元素进行测定，则需要配制多瓶不同浓度的单元素标准溶液，并在每种元素测定完成后更换空心阴极灯并完成校准光路、调整分析条件等一系列操作步骤，由此导致分析效率低下。

安捷伦解决方案

安捷伦快速序列火焰原子吸收系统可通过一次进样实现多元素同时分析，在降低分析成本的同时，还具有序列式 ICP-OES 的分析速度与效率。

该系统与智能样品在线导入系统 SIPS 10/20 相结合，只需配制一个最高浓度标准溶液作为母液，即可自动稀释获得其它浓度的标准溶液，并且能够对超出标准曲线范围的样品自动智能稀释后进样。

建议同时配备 SPS 4 自动进样器，以实现全自动、无人值守的快速检测。



FS 原子吸收



SIPS 10/20



SPS 4 自动进样器



**全自动无人值守
快速检测**

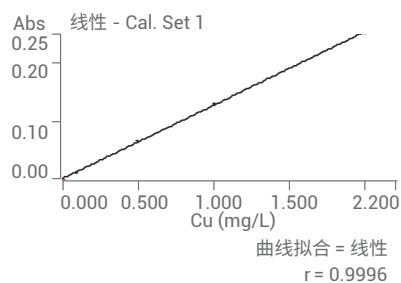
采用快速序列模式 (FS) 检测水中的 Cu、Mn、Fe 和 Zn

结果与讨论

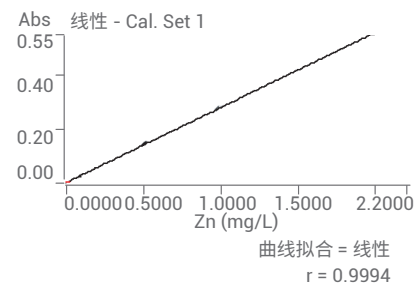
本文采用 Agilent 240 FS 原子吸收系统 (240 FS AA) 对饮用水和自来水中 Cu、Mn、Fe 和 Zn 这四种元素进行快速检测，检测结果和四种元素的标准曲线如下表及下图所示。测定结果准确、稳定，大大节省了气体消耗量和所需的时间。在绘制四点标准曲线的情况下，检测一个样品只需 7 分钟，而采用传统原子吸收模式则需要 13 分钟以上。同时，由于省去了手动配制标准溶液和手动稀释样品的时间，因此大大提高了分析效率。

各元素检测结果以及回收率结果 (n = 3)

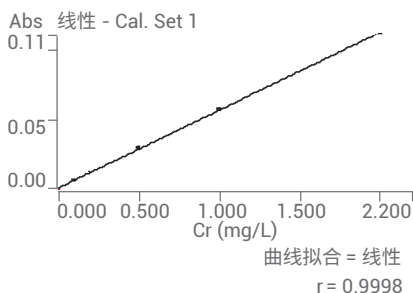
元素	样品	测定结果 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标测定值 (mg/L)	RSD (%)	回收率 (%)
Cu	自来水	0.002	0.06	0.062	0.4	103.3
	饮用水	ND	0.06	0.061	1.3	101.7
Mn	自来水	ND	0.04	0.042	1.0	105.0
	饮用水	ND	0.04	0.043	1.0	107.5
Fe	自来水	ND	0.1	0.119	2.5	119.0
	饮用水	ND	0.1	0.099	3.2	99.0
Zn	自来水	0.037	0.02	0.059	0.9	110.0
	饮用水	ND	0.02	0.021	1.0	105.0



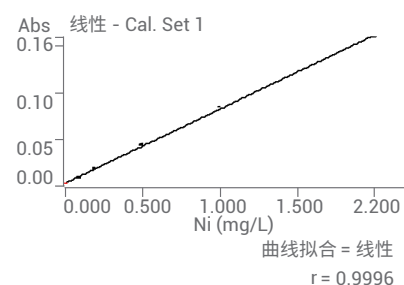
Cu 标准曲线



Zn 标准曲线



Cr 标准曲线



Ni 标准曲线

采用安捷伦火焰原子吸收系统测定汽油中的 Pb



检测难点

燃料油添加剂中包含大量金属元素，国家环境保护标准 GWKB 1.1-2011《车用汽油有害物质控制标准（第四、五阶段）》要求对汽油中的 Pb、Fe 和 Mn 等元素进行检测。其中，Pb 会随着尾气直接排入大气，可能污染环境并威胁人体健康，因此属于重点关注的元素。

在定量分析汽油中的金属元素时，常面临的主要难点为：

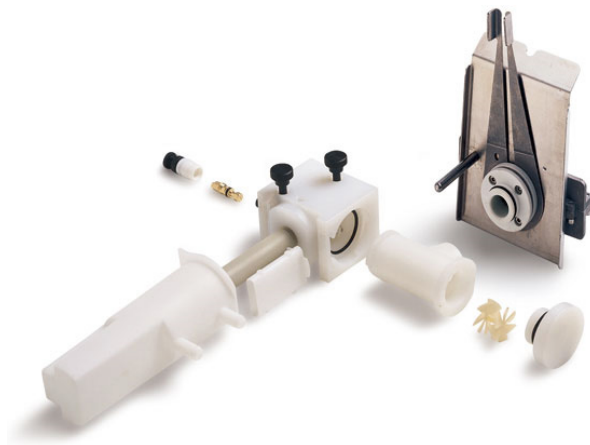
- 1) 金属元素含量低
- 2) 汽油样品组成复杂，其中包含多种烷烃、芳香烃、硫、磷等化合物，且各种成分含量不固定，容易对汽油中 Pb 含量的测定产生干扰

安捷伦解决方案

安捷伦火焰原子吸收系统配备专为有机样品设计的雾化系统，对有机样品具有最大的耐受性；采用专利惰性进样系统，其中文丘里管、铂/铱毛细管可根据样品粘度不同而调整样品流速，以实现最佳的雾化效果。

针对复杂挥发性有机基体引起的干扰，推荐稀释法进行样品前处理：参照 ASTM D3237，移取 5 mL 汽油样品至 50 mL 容量瓶中，加入 0.1 mL 碘溶液（称取 3.0 g 碘溶解于适量甲苯中，并将溶液转移至 100 mL 容量瓶中，用甲苯定容至刻度）和 5 mL 1% 的季铵盐溶液（称取 8.8 g 甲基三辛基氯化铵溶解于适量稀释剂二异丁基酮 (DIBK) 中，并将溶液转移至 1000 mL 容量瓶中，用 DIBK 定容至刻度），并加入 DIBK 定容至刻度。

标准溶液配制：采用与汽油样品前处理类似的方法将 1 g/USgal Pb 标准溶液按比例稀释，得到浓度分别为 0.02、0.05 和 0.1 g Pb/USgal 的系列标准溶液。



安捷伦火焰原子吸收惰性进样系统

采用安捷伦火焰原子吸收系统测定汽油中的 Pb

结果与讨论

本实验利用配备专用有机物雾化系统的安捷伦火焰原子吸收系统，对汽油标准物质 SRM 2712 中的 Pb 元素进行测定。检测结果准确可靠，测量值与标准值吻合良好。且相比于传统消解法，大大节省了所需的试剂量，缩短了分析时间。

从检测结果可以看出，在 217.0 nm 和 283.3 nm 下得到的结果一致。推荐采用 283.3 nm，因为该波长下的信号强度更高且背景更低。

标准物质 SRM 2712 中铅的测定结果

标准物质	mg/USgal	mg/L
SRM 2712 (217.0 nm)	30.2	8.00
SRM 2712 (283.3 nm)	30.3	8.00
SRM 2712 标准值	29.7±1.1	7.9±0.3
仪器检测限	0.0007	0.0002

采用安捷伦火焰原子吸收 + 智能化样品在线导入系统 SIPS 20 测定钢铁样品中的多种元素



检测难点

钢铁等样品基体复杂，给原子吸收的测定带来大量化学干扰或物理干扰，影响测定结果。传统方法采用手动稀释法消除干扰，样品前处理过程复杂、繁琐，且容易引入污染及造成更大误差。

选择推荐的标准加入法代替传统的标准曲线法，有助于消除化学干扰和物理干扰，但传统的标准加入法需要配制大量溶液，耗时费力。

安捷伦解决方案

安捷伦智能化样品在线导入系统 SIPS 可将标准溶液、样品溶液和基质改性剂精确地导入原子吸收系统的雾化系统中。安捷伦样品在线导入系统包括 SIPS 10 和 SIPS 20 两个型号。SIPS 10 可实现标准溶液的自动配制与超范围样品的智能在线稀释。实验人员只需配制一种最高浓度的标准溶液作为母液，即可自动稀释获得其它浓度的标准溶液。对于超出标准曲线范围的样品，SIPS 可智能设定稀释倍数，经智能自动稀释后进样。SIPS 20 除具有 SIPS 10 的功能之外，还具有自动标准加入、自动加标回收、自动添加基质改性剂、自动添加内标等功能。

采用 SIPS 20 系统测定钢铁样品中的多种元素，SIPS 20 的两个泵分别用于引入样品和标准溶液，经自动混合后，进行标准加入法检测。操作者只需配制一种混合标准溶液（见表 1）并在软件中设置浓度点即可。

推荐的样品前处理方法：称取 0.1000 g 样品，加入 2 mL HCl 和 1 mL HNO₃，经充分反应后，加入 2 mL 高氯酸，然后将样品溶液加热至冒白烟状态，最后用纯水将其定容至 100 mL。钢铁样品的 Fe 基体对 Mo 的检测存在严重干扰，需采用 0.5% AlCl₃ 作为释放剂。

多元素检测条件

元素	混合标准溶液浓度 (mg/L)	波长 (nm)	助燃气/燃气
Co	10	240.7	空气/乙炔
Mn	20	403.1	空气/乙炔
Ni	60	352.5	空气/乙炔
Cr	100	428.9	笑气/乙炔
Mo	60	313.3	笑气/乙炔

采用安捷伦火焰原子吸收 + 智能化样品在线导入系统 SIPS 20 测定钢铁样品中的多种元素

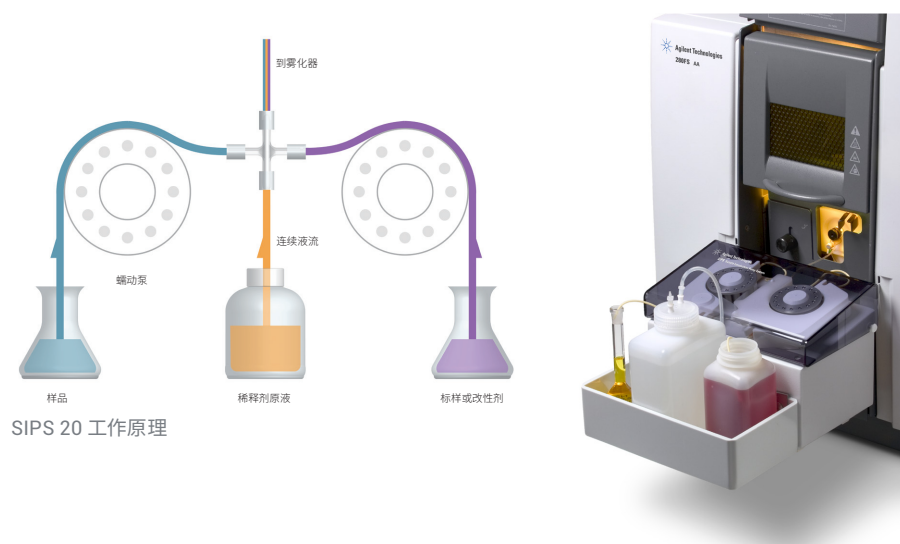
结果与讨论

利用配备 SIPS 20 的安捷伦原子吸收系统对两种钢铁标准物质 NIST-348a 和 BCS-336 中的多种元素进行测定。测定结果与标准值吻合良好，且相比于传统的标准加入法，大大减少了配制溶液的工作量，提高了分析效率。

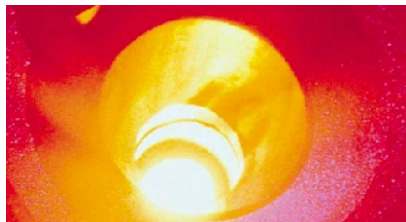
该方法采用 SIPS 20 能够自动配制标准溶液、智能稀释超范围样品，并且还具有自动加标功能，实现“自动在线标准加入”，省去了传统标准加入法繁琐的手动稀释等工作，大大提高了分析效率。

钢铁标准物质测定结果

元素	NIST-348a 测定值 (%)	NIST-348a 标准值 (%)	偏差 (%)	BCS-336 测定值 (%)	BCS-336 标准值 (%)	偏差 (%)
Co	0.15	0.15	-1	0.069	0.063	9
Mn	0.62	0.64	-3	0.77	0.81	-5
Ni	23.2	24.2	-4	9.36	9.48	-1
Cr	14.0	14.8	-5	17.0	17.6	-4
Mo 无释放剂	0.91	1.18	-23	1.90	2.43	-22
Mo 加释放剂	1.15	1.18	-3	2.25	2.43	-7



高酸度样品下的石墨炉系统基体耐受性以及稳定性测试



检测难点

在石墨炉原子吸收检测中，通常建议客户对样品消解液进行赶酸处理，使样品溶液的酸度降至 2% 以下。因为样品溶液中残留的硝酸、高氯酸等氧化性酸在高温条件下，对石墨管有很大损害，石墨管寿命会受到很大影响。在实际石墨炉检测中，很多使用者因未将样品溶液充分赶酸、石墨管材质差、石墨炉系统气体保护不力等原因，而使样品溶液残存硝酸等氧化性酸过多，从而造成石墨管寿命较短，并且影响数据稳定性。而频繁更换维护石墨管，分析效率也会大大受到影响。

这类客户对石墨管寿命以及石墨炉系统对复杂基体的耐受性要求较高。

安捷伦解决方案

安捷伦纵向加热石墨炉系统，精密的内外保护气体控制，以及耐用的石墨管具有最长的使用寿命。独特的恒温区 (CTZ) 设计，以及精确的石墨炉温度控制，使石墨炉检测在复杂基体下依然获得稳定的测试数据。

高酸度样品下的石墨炉系统基体耐受性以及稳定性测试

结果与讨论

本文通过直接测定微波消解后的食品样品来考察安捷伦石墨炉系统在极端高酸条件 (15%) 下的稳定性与石墨管的寿命。采用同一根常规涂层石墨管，在连续进样 170、200、270 和 300 次后，分别对检测准确度和稳定性进行测试，结果表明其检测结果依然准确可靠，且该石墨管依然可继续正常使用。

样品	Pb	Pb
	µg/L	ABS
1	0.2	0.0002
2	0.8	0.001
3	5.7	0.007
4	0.8	0.0009
5	22.2	0.0273
6	1.0	0.0013
7	1.2	0.0014
8	1.9	0.0023
9	1.7	0.0021
10	1.9	0.0023
11	23.3	0.0288
12	0.9	0.0011
13	0.8	0.001
14	2.1	0.0026
15	1.6	0.0019
16	21.5	0.0265
17	1.0	0.0012

样品	Pb	Pb
	µg/L	ABS
18	0.4	0.0005
19	15.8	0.0194
20	15.0	0.0184
21	20.8	0.0256
22	24.7	0.0306
23	0.9	0.0011
24	1.3	0.0015
25	0.9	0.0011
26	0.8	0.001
27	6.1	0.0074
28	22.6	0.0279
29	1.3	0.0015
30	1.1	0.0013
31	1.0	0.0012
32	0.6	0.0007
33	1.2	0.0015
34	1.7	0.0032

样品	Pb	Pb
	µg/L	ABS
35	24.3	0.03
36	1.5	0.0018
37	1.4	0.0017
38	1.6	0.0019
39	1.5	0.0018
40	1.6	0.002
41	1.5	0.0018
42	0.8	0.001
43	1.2	0.0014
44	1.0	0.0012
45	25.4	0.0314
46	1.7	0.0021
47	0.9	0.0011
48	0.9	0.0011
49	1.1	0.0014
50	23.9	0.0295
40 ppb	39.7	0.0498

样品编号	1#	2#	3#	4#
测定值	21.7	22.2	22.6	22.2
	21.3	21.4	22.4	22.4
	21.8	21.2	22.5	22.7
	21.8	-	-	-
	21.0	-	-	-
	21.6	-	-	-
	22.0	-	-	-
	22.1	-	-	-
	21.4	-	-	-
	21.9	-	-	-
RSD%	1.6	2.5	0.5	1.1

利用同一石墨管连续测定不同的高酸度样品 170 次后测定 40 ppb Pb 标准溶液所得结果依然准确

通过 200 次进样考察 Pb 检测的重复性: 1 号样品进样 10 次, 2 至 4 号样品进样 3 次, 所有样品结果的 RSD 均小于 3%

样品编号	1#	2#	3#	4#
测定值	1.8	1.6	2.2	1.6
	1.7	1.7	2.2	1.7
	1.6	1.7	2.2	1.7
	1.7	-	-	-
	1.7	-	-	-
	1.7	-	-	-
	1.6	-	-	-
	1.6	-	-	-
	1.6	-	-	-
	1.8	-	-	-
RSD%	3.78	1.21	1.40	3.38

样品	Cr	Cr
	Ug/L	ABS
1-1	1.79	0.0142
1-2	1.67	0.0131
1-3	1.64	0.0129
1-4	1.67	0.0131
1-5	1.71	0.0135
1-6	1.70	0.0133
1-7	1.59	0.0124
1-8	1.61	0.0126
1-9	1.64	0.0128
1-10	1.76	0.0139
2-1	1.63	0.0127
2-2	1.67	0.0131
2-3	1.65	0.0129
3-1	2.15	0.0173
3-2	2.19	0.0178
3-3	2.21	0.0179
4-1	1.62	0.0127
4-2	1.73	0.0136
4-3	1.70	0.0134
10 ppb	9.78	0.0931

通过 270 次进样考察 Cr 元素的检测重复性: 1 号样品进样 10 次, 2 至 4 号样品进样 3 次, 所有样品结果的 RSD 均小于 4%

利用同一石墨管连续测定不同的高酸度样品 300 次后, 测定 10 ppb Cr 标准溶液所得结果依然准确

采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测水产品中的多种元素



检测难点

生物体内的金属含量检测是生物监测以及研究人类对生态系统影响的重要项目。对于水产品而言，盐类等成分比较复杂，给石墨炉原子吸收系统准确扣除背景的能力带来了巨大的挑战。在生物监测实验中，通常样品量较少，常规的样品前处理方法难以满足检测要求。

安捷伦解决方案

针对较少的生物样品，推荐的前处理方法为：将样品冷冻干燥后，进行均质处理；称取约 10 mg 干燥后的样品，加入 100 μL 硝酸，置于 80 $^{\circ}\text{C}$ 下密闭消解 3 h；冷却后用超纯水定容至 2 mL。经稀释后，样品溶液中的硝酸浓度大约为 3%。

安捷伦石墨炉原子吸收系统采用横向塞曼扣除背景技术。其独特的带有恒温区 (CTZ) 设计的纵向加热石墨炉在石墨管中心获得恒温区，可实现卓越的加热均匀性。采用横向交流调制塞曼扣除背景，在整个原子化器中施加磁场，可准确扣除复杂样品造成的背景吸收，获得准确的测定结果。

采用安捷伦石墨炉自动进样器 PSD120，只需配制一个浓度的标准溶液，即可自动稀释、自动完成标准曲线的绘制，并可对超出曲线范围的样品进行自动稀释。此外，石墨炉降温速度快、进样器的工作流程设计非常人性化。在石墨炉降温时，同时进行下一个样品吸取、稀释等工作，样品间等待时间仅需数秒，大大提高了样品通量。

采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测水产品中的多种元素

结果与讨论

本方法利用安捷伦石墨炉原子吸收系统对两种水产品标准物质（Tort 2 龙虾胰腺和 CRM No 278R 贻贝组织）中的 Pb、Cd、Cu、Co 和 Ni 等元素进行测定。为消除化学干扰，本方法采用两种基质改性剂。从结果可以看出，测试结果与标准值吻合良好，并且约 50 次平行测试的结果稳定可靠。本方法适用于对水产品等复杂基体中的痕量重金属进行检测。由于前处理方法所需的样品量很少，因此很适合样品量较少的生物重金属监测等应用。

仪器条件

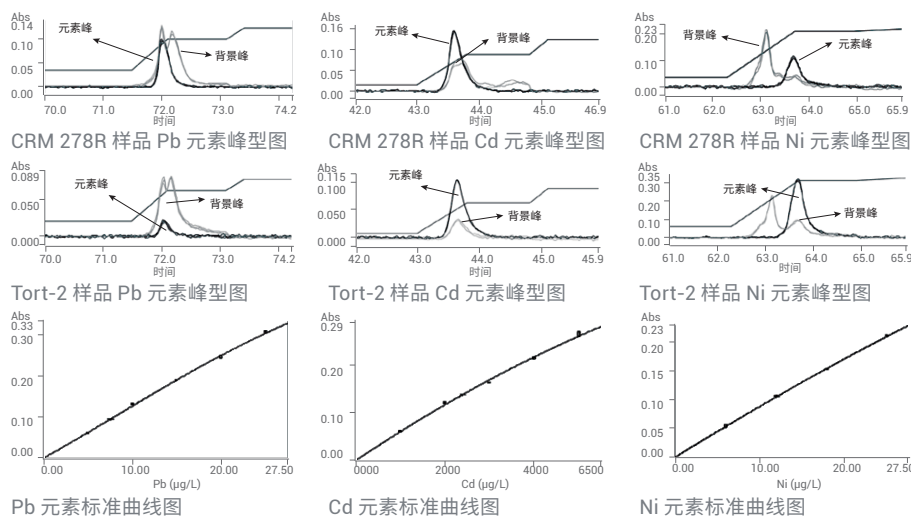
	Cd	Cu	Pb	Co	Ni	Cr
波长 (nm)	228.8	327.4	283.3	242.5	232.0	357.9
灯电流 (mA)	4.0	4.0	10.0	7.0	4.0	7.0
狭缝宽度 (mm)	0.5	0.5	0.5	0.2	0.2	0.2
样品量 (μL)	5	10	20	40	20	10
改性剂 1* (μL)	5	-	5	-	8	5
改性剂 2** (μL)	5	-	5	-	4	5

注：改性剂 1：0.4 mg/mL Pd(NO₃)₂
 改性剂 2：2 g/L Mg(NO₃)₂

水产品标准物质的测定结果

元素	Tort-2 标准值	Tort-2 测量值	n*	回收率 %	CRM 278R 标准值	CRM 278R 测量值	n	回收率 %
Cd	26.7 ± 0.6	25.7 ± 0.92	45	96	0.348 ± 0.007	0.31 ± 0.01	54	90
Cu	106 ± 10	109 ± 4	50	103	9.45 ± 0.13	9.1 ± 0.4	53	96
Pb	0.35 ± 0.13	0.36 ± 0.04	47	103	2.00 ± 0.04	1.8 ± 0.1	51	91
Co	0.51 ± 0.09	0.55 ± 0.02	49	107	n/a	0.34 ± 0.01	56	n/a
Ni	2.5 ± 0.19	2.30 ± 0.05	49	92	n/a	0.94 ± 0.04	52	n/a

注：n：平行测试次数



采用安捷伦石墨炉原子吸收系统测定高温元素



检测难点

高温元素对石墨炉控温要求较高，在较高的温度下才能保证这些元素的原子化效率和检测稳定性，温度不够或控温不准则极易影响原子化效率与测试准确度。

在食品、环境、医疗卫生等领域，都有对 Ni、Cr、Ba 和 Mo 等高温元素测试的要求。标准方法一般要求高温元素在高于 2600 °C 的原子化温度下进行检测，如 GB 5009.123-2014《食品安全国家标准 食品中铬的测定》、HJ 752-2015《固体废物 钼、镍、方法》、HJ 807-2016《水质 钼、钛、石墨炉、方法》、HJ63.2-2001

《大气固体污染源镍的测定》、HJ/T59-2000《水质 铍的测定 石墨炉原子吸收分光光度》、WST 45-1996《血中镍的石墨炉原子吸收光谱测定方法》等。

安捷伦解决方案

安捷伦石墨炉原子吸收系统采用独特的带恒温区 (CTZ) 设计的纵向加热石墨炉，在石墨管中心获得恒温区，可实现卓越的加热均匀性和精确的温度控制。最高温度 3000 °C，可达到 V、Mo 和 Ti 等难熔元素的原子化温度，对这些元素的检测具有高灵敏度。

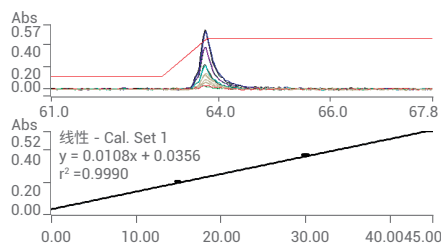
采用安捷伦石墨炉原子吸收系统测定高温元素

结果与讨论

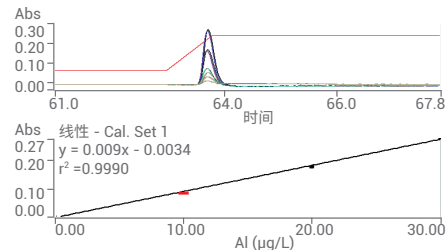
本方法利用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收系统，对水中 Mo、Al、Ba、V 和 Ni 等高温元素进行测定。利用精确的温度控制和快速加热的石墨炉系统，检测结果稳定可靠，回收率在 90%-100.1% 之间。

水中高温元素的检测结果

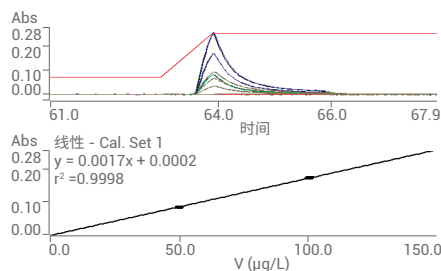
元素	样品	浓度 (µg/L)	样品 3 次测定 RSD (%)	加标量 (µg/L)	回收率 (%)	添加样品 5 次测定 RSD (%)
Mo	自来水	2.38	2.0	15	95.6	1.2
Al	自来水	2.84	2.1	10	100.1	1.8
Ba	自来水	44	1.5	40	95.8	2.4
V	自来水	1.7	0.6	20	100.0	1.2
Ni	自来水	11.88	2.3	10	90.2	1.8



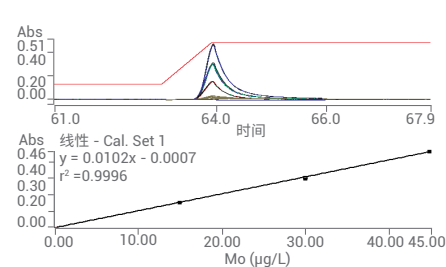
Ni 峰型图和标准曲线



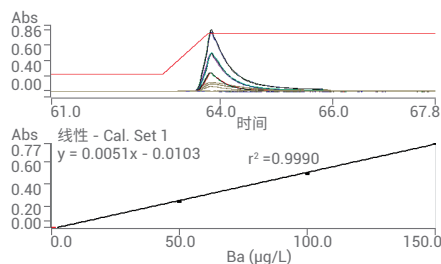
Ba 峰型图和标准曲线



V 峰型图和标准曲线



Mo 峰型图和标准曲线



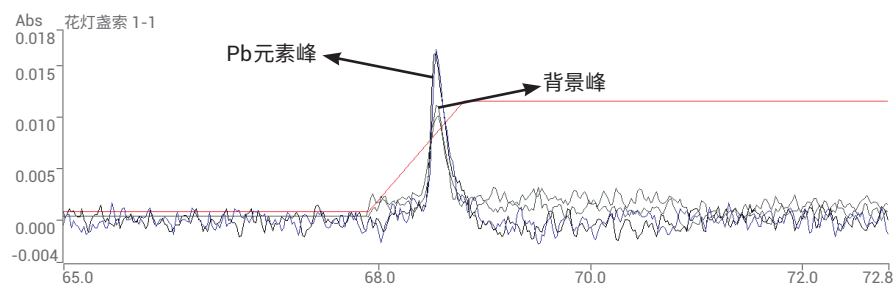
Al 峰型图和标准曲线

采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测中药样品中的 Pb 和 Cd



检测难点

中药根据性状可分为植物性中药（如人参、当归等）、动物性中药（如蜈蚣、僵蚕等）以及矿物性中药（如滑石粉、砒霜等），其成分复杂，通常包含大量盐类。在铅、镉等重金属的石墨炉测定中，容易产生化学干扰，并产生复杂的背景，对检测结果造成影响。



中药样品中 Pb 的峰型图

安捷伦解决方案

推荐的前处理方法：参考 2015 年版《中国药典》，称取 0.5 g 待测样品粉末（精确到 0.0001 g）放入微波消解罐中，加入 2 mL 高纯水、4 mL 硝酸和 0.5 mL 盐酸；按操作规程安装好消解罐，在赶酸器上于 110 °C 下预消解 2 h，冷却至室温后，装入微波消解仪中按预设程序进行消解；消解结束后，冷却，缓慢放气，取出内罐，赶酸至近干，并将消解液转移至 25 mL 容量瓶中，用 2% 硝酸定容并摇匀后，作为待测母液备用。同一批次各处理一个加标样品溶液和基质空白溶液。消解后的溶液为无色或淡黄色溶液。

SRM 表面响应方法学向导将引导用户完成灰化和原子化温度的优化，快速完成方法开发。针对中药中复杂的背景吸收，采用安捷伦横向交流调制塞曼配置，在整个原子化器中施加磁场以准确扣除背景。

采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测中药样品中的 Pb 和 Cd

结果与讨论

本方法利用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收系统，对四种典型中药样品中的 Pb 和 Cd 元素进行检测。采用横向交流调制塞曼方式准确扣除复杂背景，所测的四种中药样品中 Pb 和 Cd 的回收率良好，表明该方法适用于对中药样品中的重金属元素进行检测。

不同中药样品中重金属元素的回收率测定结果

元素	添加量 (ng/mL)	灯盏花素回收率 (%)	三七总皂苷回收率 (%)	人参总皂苷回收率 (%)	人参茎叶总皂苷回收率 (%)
Pb	20	93.8	104.5	106.0	98.5
Cd	1	95.0	101.2	99.2	98.5

采用石墨炉原子吸收法通过悬浮进样快速测定粮食中的 Cd



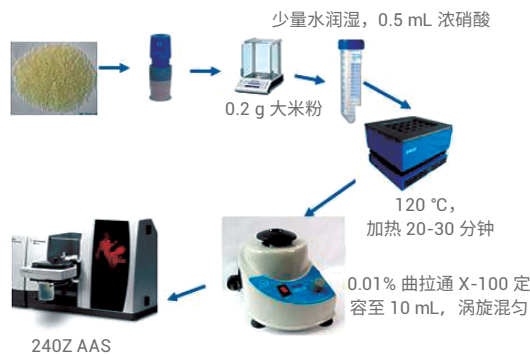
检测难点

在粮食样品中 Cd 的测定过程中，采用常规消解方法繁琐且费时，难以满足对大量样品进行快速筛查的需要。

安捷伦解决方案

安捷伦推荐对粮食样品采用快速消解和悬浮进样的检测方法，样品只需经过简单处理，即可将悬浮液直接进样，大大提高了分析效率。安捷伦石墨炉原子吸收系统配备独特的带恒温区 (CTZ) 设计的纵向加热石墨炉，可保证悬浮样品直接进样分析的结果准确可靠。

推荐的前处理方法：准确称取 0.2 g 大米生物成分分析标准物质 GBW10010、小麦生物成分分析标准物质 GBW08503B 和玉米生物成分分析标准物质 GBW10012 (恒温干燥，精确至 0.0001 g)，加入少量高纯水润湿后，再加入 0.5 mL 优级纯浓硝酸，将其置于多孔电加热板上，于 120 °C 下加热 20-30 分钟，取下并冷却后，采用 0.01% 曲拉通 X-100 溶液将其定容至 10 mL，涡旋 1 分钟以混匀，制成均一的悬浮溶液待测。样品前处理流程如图所示。0.01% 曲拉通 X-100 溶液：含 0.01% 曲拉通 X-100 + 5% 硝酸的水溶液。



悬浮进样检测法的样品前处理工作流程

溶液配制：利用 0.01% 曲拉通溶液，将 1000 mg/L 的 Cd 标准溶液逐级稀释为浓度 5 µg/L 的标准溶液。通过加入 5% 硝酸介质进行稀释。

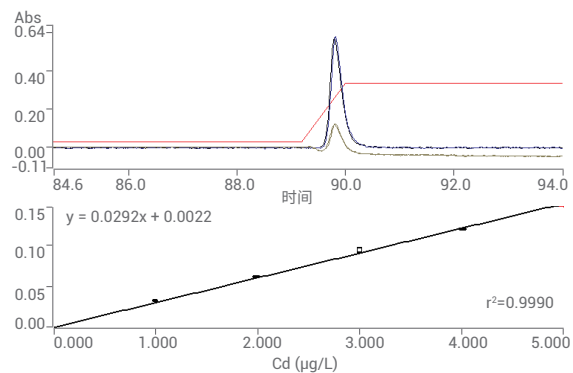
采用石墨炉原子吸收法通过悬浮进样快速测定粮食中的 Cd

结果与讨论

利用快速消解与悬浮进样相结合的粮食快速检测方法对各种粮食国家标准物质中的 Cd 进行测定，测量值与标准值吻合良好。本方法采用的样品前处理简单，分析效率得以大幅提高，非常适合用于大量粮食作物中 Cd 的筛查。

各种粮食国家标准物质的检测结果

样品	标准值 (ng/g)	测定值 (μg/g)
大米 GBW10010	0.0875±0.005	0.089
小麦粉 GBW08503b	150±40	160.8
玉米 GBW10012	4.1±1.6	5.2



悬浮法进样 Cd 所得峰型图和标准曲线图

采用石墨炉加氧直接测定法检测奶粉中的 Pb



检测难点

乳制品（如奶粉）包含各种盐类，对婴儿奶粉而言尤其如此，其中人为添加的各种营养强化剂中包含 Ca、Mg 等盐类。这些盐类会在元素原子化阶段产生大量分子吸收，并以背景吸收峰的形式出现，在采用石墨炉进行痕量元素检测时带来误差。

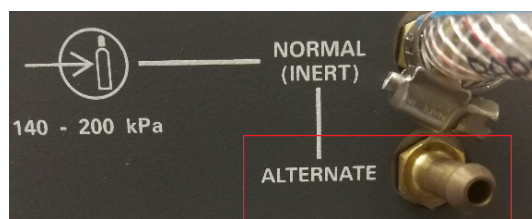
传统的样品前处理方法需要使用大量酸液对样品进行消解。整个过程繁琐、费时费力，并且容易在痕量分析中引入污染。如果采用悬浊液直接进样，对于高有机成分的样品，则存在易积碳、石墨炉维护频率高等问题。

安捷伦解决方案

采用“直接进样”法，用纯水将奶粉溶解形成“悬浊”样品溶液直接进样。并且在石墨炉分析过程中，于灰化阶段向石墨炉中通入氧气，使有机样品中的碳充分反应，解决直接进样分析引起的石墨管“积碳”问题。

由于奶粉基体复杂，可能带来大量化学干扰，因此建议使用标准加入法进行测定。

安捷伦石墨炉自动进样器 PSD120 具有自动绘制标准曲线、自动标准加入和自动加入基质改性剂等功能，可大大提高工作效率。本方法利用 PSD120 进行自动标准加入测定，同时加入磷酸二氢铵溶液作为基质改性剂。



石墨炉氧气接口

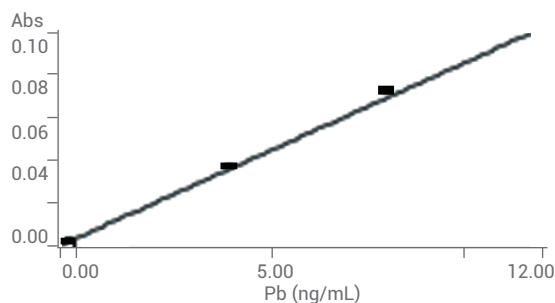
直接进样法升温条件

步骤	温度 (°C)	时间 (S)	流量 (L/min)	气体类型
1	85	5.0	0.3	正常气
2	95	40.0	0.3	正常气
3	120	5.0	0.3	正常气
4	120	30.0	0.3	正常气
5	450	5.0	0.3	正常气
6	450	20.0	0.1	替换气
7	600	5.0	0.3	正常气
8	600	20.0	0.3	正常气
9	600	4.2	0.0	正常气
10	1900	1.8	0.0	正常气
11	1900	2.0	0.0	正常气
12	2500	2.0	0.3	正常气

采用石墨炉加氧直接测定法检测奶粉中的 Pb

结果与讨论

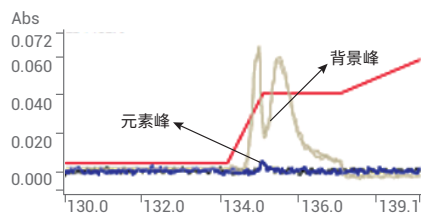
利用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收系统对奶粉样品中的 Pb 进行测定，此系统可精确扣除复杂的背景吸收峰，在 10 ng/mL 的添加浓度水平下回收率结果良好。



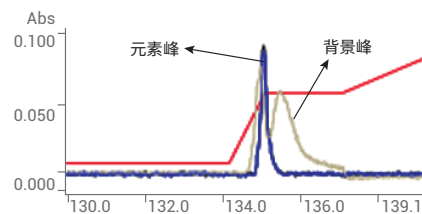
标准加入法标准曲线

奶粉样品的测定结果及回收率结果

样品测定结果 (ng/mL)	加标浓度 (ng/mL)	加标后浓度 (ng/mL)	回收率 (%)
0.35	10.0	10.72	103.0



奶粉样品的峰型图



10 ng/mL 加标样品的峰型图

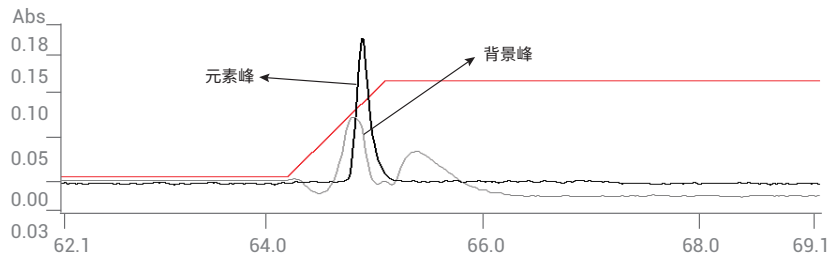
采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测土壤中的 Pb 和 Cd



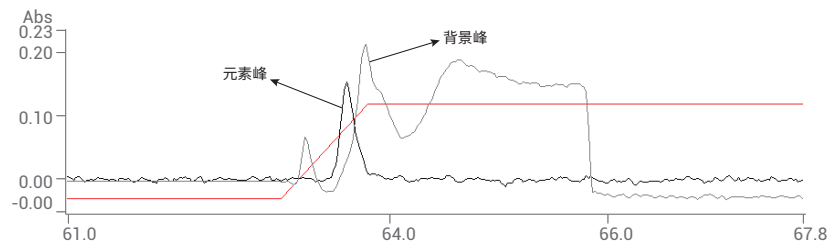
检测难点

土壤经消解后，大量无机盐类会残留在消解液中。各种盐类（尤其是氯化盐、硅酸盐等）会在原子化阶段产生复杂的背景干扰，如图所示。

在采用石墨炉原子吸收法检测痕量元素时，复杂的化学干扰和背景吸收对仪器的抗干扰能力带来严峻的挑战。



GSS-9 铅元素峰型图



GSS-9 镉元素峰型图

安捷伦解决方案

安捷伦横向交流调制塞曼配置在整个原子化器中施加磁场，可准确扣除土壤中复杂的背景吸收。

推荐的前处理方法：准确称取 0.1000 g 干燥的 100 目土壤样品，放入 50 mL 密闭聚四氟乙烯消解罐中，向其中准确加入 4 mL HNO₃、1 mL HCl 和 1.5 mL HF；经预消解后，将组装好的消解装置放入微波消解仪中，按照设置好的程序对样品进行微波消解；消解结束后，取出罐体，待冷却后，将消解罐置于电热板上加热赶酸至棕色烟冒尽，将样品蒸发至近干 (0.5-1 mL)；冷却至室温，用 2% HNO₃ 将样品定容至 25 mL，然后引入石墨炉原子吸收系统进行分析。同时制备空白样品。

采用安捷伦石墨炉原子吸收系统检测土壤中的 Pb 和 Cd

结果与讨论

本方法利用 Agilent 240Z 石墨炉原子吸收系统对土壤元素检测国家标准物质 GSS 系列进行测定，结果发现土壤及沉积物国家标准物质的测定结果与标准值吻合良好。

土壤标准样品中 Cd 和 Pb 的测定结果 (mg/kg)

土壤	Cd		Pb	
	测量值	标准值	测量值	标准值
GSS-2	0.069	0.071±0.014	21.15	20±3
GSS-9	0.090	0.10±0.02	22.71	25±3
GSS-24	0.104	0.106±0.007	39.07	40±2

沉积物标准样品中 Cd 和 Pb 的测定结果 (mg/kg)

沉积物	Cd		Pb	
	测量值	标准值	测量值	标准值
GSS-9	0.259	0.26±0.04	22.79	23±3
GSS-11	2.438	2.30±0.20	636.1	636±22
GSS-15	0.353	0.34±0.02	213.4	210±6

了解更多信息

www.agilent.com/chem/energy

查找当地的安捷伦客户中心

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278

400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017
2017年9月31日，中国出版
5991-8564CHCN

