

用 PerkinElmer FIAS-100/400 进行流动注射汞/ 氢化物分析的 推荐分析条件和一般信息

原子吸收光谱



一般信息

为了熟悉流动注射汞/氢化物系统（FI-MHS）的特性和操作步骤，强烈推荐分析员在首次操作时充分了解 FI-MHS 手册中的示例。

校准和分析

在 FI-MHS 系统中，校准和样品分析与自动火焰原子吸收光谱（AA）中的步骤类似。

灵敏度

FI-MHS 的相对灵敏度或溶液灵敏度（产生 0.0044A 信号所需的分析物浓度，单位为 $\mu\text{g/L}$ ）类似于用其他 MHS 技术获得的数值。由于 FI-MHS 所需的样品数量较少，绝对灵敏度（产生 0.0044A 信号所需的分析物数量，单位为 ng）明显低于其他 MHS 技术。

在限值范围内，可通过变化样品环的体积或改变分析波长来调整 FI-MHS 测定的灵敏度，使其适应样品的浓度。

样品体积

“推荐的分析条件”一章中列出的灵敏度以 500 μL 样品体积为依据。通常情况下，较大的样品体积不会使灵敏度有明显提高，反而会延长测定时间。为获得最大处理量，应尽可能减小样品体积。

重复样品

由于 FI-MHS 测定时只需要 0.5ml (500 μ L) 或更少的样品, 因此一个自动进瓶中的溶液可作为若干重复样品。然而, 由于 FI-MHS 的重现性极高, 因此通常情况下, 获得目标精密密度所需的重复测定次数较少。

潜在干扰因素

由于分析物从样品基体中分离出来, 因此 MHS 技术基本不受化学、基体和背景吸收的干扰, 但在火焰原子吸收光谱中这些干扰因素则较为常见。通常情况下, 在 FI-MHS 中可能出现的干扰因素与流过系统的样品或标准准备、气体或液体有关。

例如, 在加入 NaBH_4 后, 某些样品会产生大量泡沫或沉淀。这两种现象会影响分析结果, 应尽可能避免这两种情况。建议对未知样品类型进行检测, 以确定在加入反应试剂后是否会起泡或沉淀。可在实验室通风柜中进行预试验, 试验中使用开口的高烧杯。

起泡

若过多的泡沫导致液体进入石英吸收池, 应立即停止试剂流, 并拆卸和清洗管道和吸收池组件。

在还原溶液中放入 1% 的消泡剂, 通常可避免产生大量泡沫。以下消泡剂具有较好效果:

- 消泡剂乳液: 110A道康宁
- 有机硅消泡剂: 107743, 默克KgaA
- 消泡剂乳液110A可购自PerkinElmer, 货号为 B0507226。

沉淀

FI-MHS 中使用的所有溶液 (样品、载体溶液和还原剂) 中不可含有固体颗粒, 因为这些液体将通过狭窄的管道和阀门。此外, 应避免在反应过程中形成沉淀物。例如, 当含蛋白质的样品接触酸, 或金属含量较高的样品接触硼氢化钠时, 可能会形成沉淀物。在此种情况下, 应采用适当的消解或分离方法去除有害成分。

污染

FIAS 系统的检出限在很大程度上受到样品和实际污染程度的影响, 而不仅是仪器的能力。当在 FI-MHS 分析纳克水平中进行检测时, 污染是产生误差的主要原因。减少污染的最重要前提条件包括仔细操作仪器、选择适当的样品制备技术, 并执行标准的实验室清洁措施。

通过以下方法也可降低污染风险:

- 在制备还原溶液、标准溶液、样品溶液和稀释液时, 只采用高纯度双蒸水, 最好是去离子水。
- 确保所有接触水或溶液的材料是由清洁的惰性塑料制成的。即使容器的原材料是聚四氟乙烯 (PTFE), 容器中的杂质也能迅速地污染纯水或溶液。
- 用最高纯度的化学品制备试剂溶液。

注意: 在使用前, 请测定还原剂中分析物元素和分析中所需其他化学品的空白浓度。

背景校正

一般而言, 由于在原子化之前, 几乎完全分离了分析物元素和基体, 因此 FI-MHS 无需使用背景校正仪。然而, 建议对组分未知的样品进行背景校正试验, 以确定结果是否确实具有元素特异性, 并确定非特异性吸收不会影响准确度。

在 200nm 以下波长 (包括 As 和 Se 的共振线), 原子化池中热空气对辐射源的吸收性极高。尽管未作要求, 但仍进行背景校正, 自动补偿这一吸收值。

标准溶液

适当稀释储备液, 可获得 FIAS-100/400 中使用的标准溶液。所有的标准溶液均应保存在惰性塑料容器中。浓度为 100mg/L 或更高的储备液通常可保存 1 年。浓度为 1mg/L 或更低的溶液应当天制备。对浓度小于 10mg/L 的溶液而言, 稀释用水、酸或其它试剂中必须检测分析物元素造成的污染。

汞标准品的稳定性在很大程度上受到容器壁吸收的影响。建议用 2% (v/v) HNO₃ 和 2% (v/v) H₂SO₄ 混合物制备汞标准品, 加入 1 至 2 滴 (约 30-60 μL) 5% (w/v) KMnO₄ 溶液, 起到稳定标准品的作用。

系统维护

FIAS 系统对维护的要求不高。在使用后, 应用去离子水仔细冲洗系统, 然后泵出废水。拆除蠕动泵的滚轮, 避免挤压管道。

蠕动泵

蠕动泵滚轮压力和管道弹性对蠕动泵性能和灵敏度有影响。应每日对这两个器件进行检查, 如有需要应进行调整或更换。

石英吸收池调节

灵敏度 (尤其是 As、Sn 和 Te 的灵敏度) 受石英吸收池条件的影响很大。若无法在推荐的标准条件下检测灵敏度, 那么应按照下文的要求用浓氢氟酸处理石英吸收池。

注意: 在装运前工厂对石英吸收池进行调节。在按上文要求进行调节之前, 确保没有影响灵敏度的事件发生, 如标准品或还原溶液静置时间过长, 或光谱仪或 FIAS 系统参数设定不恰当。

重要提示: 在用氢氟酸进行操作时应极其小心。应在适当的通风柜中进行试验, 操作人员应始终穿戴防护服 (橡胶手套、橡胶围裙和面罩)。

- 根据指导拆除石英吸收池上的石英窗。
- 吸收池在冷浓氢氟酸中浸泡20分钟。
- 用自来水彻底清洗吸收池, 然后用去离子水冲洗, 并干燥。
- 组装好吸收池。

泵管

应定期检查系统管道和管道接头的完整性, 如有需要应及时更换。要确保操作的顺利, 并实现指定的灵敏度, 泵管组件的尺寸极为重要。若需要更换管道组件, 则应用完全相同的产品 (同一长度、内直径、外直径、管道组件和接头) 进行更换。最重要的是输送载体和还原剂的管道组件。

其它管道组件的作用稍弱。用于排废液的管道的唯一标准是应足够大, 防止气/液分离器溢流。输送样品的泵管的直径应足够大, 确保样品环可在指定时间内充满样品溶液。

管道的其它注意事项

综上所述, 所有 FIAS 系统管道接头应尽可能短, 直径尽可能小。直径较大的长管道可产生范围广、波动小的信号, 从而会降低灵敏度和分析性能。

反应环

在某些情况下, 在反应混合物进入气液分离器之前在管道中插入另一个反应环可能对检测有利。这样, 系统中可发生需要较长反应时间的还原反应。在某些情况下, 可缩短消解步骤, 或避免预还原过程。例如, 在标准环境下, 砷 (V) 被不完全还原, 并转化为氢化物。加入反应环后, 接触时间和反应时间延长, 可在无预还原的条件下直接测定砷 (V)。

然而, 不可经常或随意使用反应环。反应时间延长, 干扰可能随之出现。同样, 管道的延长可能增加所需的分析时间, 导致信号降低、变宽, 降低灵敏度和峰高测定值。

流动注射中影响氢化物生成的因素

要成功使用流动注射-氢化物生成系统分析样品，操作人员应熟悉流动注射系统适当的设置和操作步骤。

初始检查

在设定 FI-MHS 时，操作员应安装蠕动泵管、气液分离器和反应单元。在确保牢固连接所有接头之后，应测定每个供给管中的流速。在测定流速时可参考操作员手册中的相关步骤。稳定的流速确保系统性能在长时间内的重现性。同样，通过监控流速可了解何时更换管道或清洁接头。

一旦确定了还原剂、载体和样品的流速，应输送适当浓度的标准品(在推荐条件中注明)，用以检测灵敏度。若灵敏度符合推荐的灵敏度检测值，使用者可开始进样。若灵敏度较低，用户应参考以下章节。

影响灵敏度的因素

低灵敏度可能是因为硬件或化学因素引起的。需要对氢化物技术有基本的了解，找出问题所在。

氢化物技术包括酸性样品水溶液和还原剂(硼氢化钠)的反应。如下述等式所示，硼氢化钠/酸还原剂产生氢化物。¹



其中 E =目标分析物， m 可能等于也可能不等于 n

该反应生成挥发性的氢化物，通过氩气作为载气将氢化物输送至石英吸收池中。在石英吸收池中，氢化物被转化为气态的金属离子。

普遍认为氢自由基^{2,3}的碰撞导致了氢化物的离子化，在石英吸收池中，生成的分析物原子被通过的汞光源吸收，通过测定光吸收的数量而产生信号。若氢化物的生成、氢化物通入石英吸收池和氢化物的离子化出现问题，则会导致灵敏度降低。

影响氢化物生成的因素十分简单，可能是因为没有使用新近配制的还原剂。使用当天配制的还原剂，并用氢氧化钠保存，可以避免不利的影响。在测定低水平的氢化物形成元素时，所有试剂的纯度有着重要的作用。应谨慎操作，确保所有还原剂、酸和试剂不含待检测元素，或可能和与所生成氢化物反应的元素。

另一个影响灵敏度的因素就是分析物的氧化状态。在溶液中，砷、硒、锑、铋和碲可以两种不同的氧化形式存在。氧化状态影响金属-氢化物形成的速率，从而影响了灵敏度。为确保所有分析物为同一种氧化状态，所有标准品和样品应接受还原步骤。参考以下推荐条件，找到每种元素的正确还原步骤。

在流动注射系统中，分析灵敏度取决于用于测定的样品量。根据注射阀中样品环的大小确定用于分析的样品体积。一般分析需要 500 μL 样品。通过缩小或加大样品环可以调整灵敏度。

硼氢化钠和样品反应的时间可能也会影响灵敏度。通过反应线圈的程度可以确定反应时间，反应线圈是连接化学歧管上还原剂和样品进口以及氩气进口的线圈。较长的反应线圈会导致反应时间延长。对大多数元素而言，推荐的 300mm 反应线圈足以保证充分反应，若需要不同的反应时间，可变化线圈的长度。

气液分离器中采集了生成的氢化物，并将其输送到石英吸收池中。采集量取决于分离器中的废液清除速度。若废液清除速度太快，气态的氢化物会被载入废液容器中，导致灵敏度降低。

通过调节废液泵管的张力，使液体约充满分离器的 1/3，由此可以控制从气液分离器中清除液体的速度。应小心避免分离器中液体过量充装，这会导致膜或运输管道上产生水汽。水汽可能会污染氢化物输送入石英吸收池的过程。

实际上，通过使用氙气作为载气可以控制氢化物的输送过程。当氙气的流速过高时，金属-氢化物会迅速地流出石英吸收池。这会减少生成的原子的滞留时间，降低灵敏度。若载气的流速过低，不稳定的氢化物过多（如锡），在输送过程中可能发生分解，导致灵敏度降低。载气的优化将确保每种分析物的灵敏度最高。

氢化物的原子化发生在石英吸收池中。研究显示石英吸收池的表面对于砷、硒、锑和锡测定的灵敏度和精密度有着巨大的影响。⁴⁻⁷

若怀疑石英吸收池导致灵敏度下降，应将吸收池在浓氢氟酸中浸泡 20 分钟，然后用去离子水冲洗。在再次使用之前，待石英吸收池完全干燥。

注意：在使用氢氟酸时需格外谨慎。请使用适当的实验室安全程序。

影响精密度的因素

流动注射氢化物分析的精密度取决于往连续流动载体流中注入定量样品，样品体积可重现。确保所有的接头牢固，无意外的泄漏，并确保流动注射系统具有恰当的设计，可实现这一目标。去除所有溶液中悬浮的固体，确保样品和试剂的流动稳定流畅。

流动注射软件采用了三个基本的步骤，由此控制测定的顺序。首先是预填步骤，即注满自动进样器至阀门之间的管道，仅用于第一个重复样品，用以缩短分析时间和样品消耗量。第二个步骤时填充样品环，第三个步骤时将样品注入载体系统中。后两个步骤用于所有的重复样品。

若分析的精密度不高，分析员应寻找其中的规律。例如，若一系列样品的首个样品具有较低的浓度，则说明注满自动进样器管道的时间不充分，应延长这一时间。若一系列样品的首个样品较高，而后续的读数较低，这可能说明应延长填充样品环的时间。

将氢化物高效地从气液分离器输送至石英吸收池同样会影响分析的精密度。应确保分离器的废液清除速度保持稳定，并适当地调节了载气的流速。

应定期拆卸并清洗连接氙气出口的单向阀，确保气流顺畅。

推荐的分析条件

在本文中推荐的分析条件下，可用同一管道和基本的 FIAS 程序测定所有常见的氢化物形成元素和汞。特定参数的优化可能会提高某些元素的分析性能。这种优化措施可能提高灵敏度，或有利于测定不同氧化状态的元素。若有某一元素优化条件的信息，则在该元素的推荐分析条件下提供上述信息。

光谱仪

光源

FIAS 系统可用空心阴极灯（HCL）和无极放电汞灯（EDL）。通常情况下，EDL 的能量高于对应的 HCL，并能改善某些元素的灵敏度和检出限，如 As 和 Se。EDL 通常需要 30 分钟的预热时间。

波长和狭缝

在“推荐的分析条件”中提供了每种元素对应的波长和狭缝，可实现汞和氢化物形成元素的最佳灵敏度。当样品的吸收信号过高，但无法进行稀释时，可使用其它波长，以降低样品的灵敏度。如需了解其它波长，请参阅 PerkinElmer® AA 仪器的随机文件《原子吸收光谱的分析方法》。

数据处理

FIAS 数据的评估是以峰高或峰面积。经验显示峰面积评估没有任何分析优势。由于峰高测定所需的时间低于峰面积测定，因此一般首选峰高测定作为 FIAS-汞/氢化物分析的定量步骤。应设置积分时间，确保在所选时间内出现吸收信号最大值。

有了峰高测定值，可通过选择 AA 软件 WinLab32™ 中适当的“峰高平滑”窗口。在平滑选项中输入该数值（如，19 点），代表了平滑途径中使用的分数。数值太小会导致精密下降，而数值过高会降低信号的强度。“推荐的分析条件”中提供了每种元素的最佳数值。

FIAS 系统

FIAS 系统可提供 9 个完整的程序步骤，每个步骤中的参数均可调节。表 1 和 2 中为 FIAS-100 和 FIAS-400 中的一般程序。

泵速度

步骤 #	时间 (秒)	泵速		阀门位置		读数
		泵 1	泵 2	填充	注入	
预填	15	1	0	*		
1	10	120		*		
2	15	120			*	*

步骤 #	时间 (秒)	泵速		阀门位置		读数
		泵 1	泵 2	填充	注入	
预填	15	100	120	*		
1	10	100	120	*		
2	15		120		*	*

其它项目参数

每个步骤中包括了步骤间的间隔、FIAS 阀的位置（填充或注入）、启动读数功能的时间、加热、冷却和齐化配件清洗功能启动的时间。每个元素的推荐分析条件中包括了推荐的反应池温度。

蠕动泵管

正如一般信息中所述，应使用具有适当长度和直径的泵管，这点十分重要。例如，若蠕动泵的管道直径小于“推荐的分析条件”中提出的数值，则会引起峰高灵敏度下降。

废液的泵管应足够大，以避免气液分离器的溢流。在标准应用中，可使用表 3 中推荐的泵管。若需要泵送更多试剂，则需要使用两根泵管（紫色-紫色）才能抽干气液分离器中的废液。

表 3. 推荐的泵管

	FIAS-100	FIAS-400	管道	
			内径 (mm)	颜色代码
样品	P1	P1	1.52	蓝-黄
载液	P1	P2	1.52	蓝-黄
还原剂	P1	P2	1.14	红-红
废液	P1	P2	3.18	黑-红

PTFE 管

为了将分散降低到最低程度，所有 PTFE 管道应尽可能短，内径尽可能小。管道过长，内径过宽将会导致信号小，范围广。在推荐的条件下，连接载体和还原溶液及氩气载气交汇点的管道应尽可能短。这类管道通常被称作“反馈线圈”，在需要时可用以延长反应时间，如在 As^{5+} 检测中。使用较长的“剥离线圈”可提高灵敏度。这是将气/液混合物输送至气液分离器中的管道。

注意：表中列出的废液泵管道可用于大多数用途。若泵送多种试剂，则应使用两根平行的废液泵管。

试剂

载液

对所有元素而言（除锡和汞外），载液是 10% (v/v) 盐酸溶液（如，10 份的浓盐酸溶于 100 份的水中）。锡的载液是饱和硼酸（约 50 g/L）和 1% (v/v) 盐酸的混合物。汞的推荐载液是 3% (v/v) 盐酸。载液应始终含与样品溶液中相同的酸，通常浓度也一致。

还原剂

通常情况下，推荐的还原剂是 0.2% (w/v) $NaBH_4$ 溶于 0.05% (w/v) $NaOH$ 溶液中，在使用前配置新鲜的溶液。在使用前过滤还原剂，最好采用真空过滤器。

若用 $SnCl_2$ 作为还原剂测定汞，还原溶液中含有 1.1 (w/v) $SnCl_2$ (来自 $SnCl_2 \cdot 2H_2O$) 和 3.0% (v/v) 盐酸。汞法 1 中说明了 $SnCl_2$ 的推荐分析条件。

载气

载气流对灵敏度有很大的影响。若流速过高，原子和氢化物云分散的速度过快。若流速过低，信号和灵敏度也会变低。载气流速为 50 mL/min 适合于大多数元素。为获得最高的灵敏度，应优化每种元素的流速。若优化条件下需要不同的流速，可参考注释章节的可行范围。

参考文献

1. W.B. Robbins and J.A. Caruso, *Anal. Chem.* **51**, 889A (1979).
2. J. Dedina, *Progress in Anal. Spec.* **11**, 251 (1988).
3. B. Welz and M. Melcher, *Analyst* **108**, 213 (1983).
4. N.E. Parisis and A. Heyndricks, *Analyst* **111**, 281 (1986).
5. P.N. Vijan and G.R. Wood, *At. Absorpt. News.* **13**, 33 (1974).
6. P.N. Vijan and G.R. Wood, *Talanta* **23**, 89 (1976).
7. P.D. Goulden and P. Brooksbank, *Anal. Chem.* **46**, 1431 (1974).

As

砷的 FI-MHS 推荐分析参数

参数

技术	原子吸收
波长	193.7 nm
积分时间	15 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	900 °C

试剂

载体溶液	10% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	As ³⁺ , 溶于 10% (v/v) HCl

灵敏度测试

分析 500 μL 10 μg/L 的砷溶液应产生 0.45A 的信号。数据用 EDL 获得。用 HCL 得到的数据为 0.300A。

注释

高浓度的还原剂（约 0.5%）可提高灵敏度。

石英反应池表面材料的本质是影响灵敏度的重要因素。若灵敏度较低，则需要调节反应池。

在分析之间，应将样品中的砷预还原。采用含 5% (w/v) KI 和 5% (w/v) 抗坏血酸的还原剂，并在检测前将待检测样品或标准品在室温下静置 30 至 60 分钟。

上述灵敏度针对 As³⁺ 而言。若砷以 As⁵⁺ 的形式存在，灵敏度将为上述值的 5 至 10%。因此，在分析前应将样品还原为 As³⁺。还原速度随酸浓度的升高而加速。为确保适当的还原，应采取以下步骤：在 1ml 样品或参照溶液中加入 1ml 浓盐酸、1ml 5% (w/v) KI 和 5% (w/v) 抗坏血酸。在室温下静置 45 分钟，随后稀释至 10ml。若样品溶液含有其他氧化剂（如消解酸），则需要用到更多的 KI 抗坏血酸还原剂。若采用更长的反馈线圈，则需要高灵敏度下测定 As⁵⁺。

参数

技术	原子吸收
波长	223.1 nm
积分时间	15 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	900 °C

试剂

载体溶液	10% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Bi ³⁺ , 溶于 10% (v/v) HCl

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的铋溶液应产生 0.350A 的信号。数据用 EDL 获得。

注释

在分析之间, 应在溶液中加入浓盐酸将铋预还原。还原反应立即发生。

参数

技术	原子吸收
波长	253.7 nm
积分时间	20 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	100 °C

试剂

载体溶液	3% (v/v) HCl
还原剂	1.1% SnCl ₂ , 溶于 3% (v/v) HCl
样品溶液	Hg ²⁺ , 溶于酸溶液中

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的汞溶液应产生 0.1A 的信号。

注释

载气流速提高到 70 至 100 mL/min, 以实现指定的灵敏度。

在 100ml 的汞样品和标准溶液中加入 1 至 2 滴 5% (w/v) KMnO₄ 溶液, 能起到稳定溶液的作用。

将盐酸的浓度降到最低, 防止 KMnO₄ 提前还原。一般情况下, 100ml 的样品参考溶液加 1ml 的浓盐酸就足够了。较低的汞浓度 (< 10 µg/L) 可被样品杯壁吸收-这一现象取决于使用的材料。应检查样品杯的性质。

若 KMnO₄ 用于汞测定, 可能会导致 MnO₂ 沉析在杯壁上。这会导致回收率降低, 在重复利用样品杯并没有彻底清洗的情况下, 这一现象十分明显。

采用较长的剥离线圈可能达到更高的灵敏度。

Hg2 用 NaBH₄, 汞的 FI-MHS 推荐分析参数

参数

技术	原子吸收
波长	253.7 nm
积分时间	20 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	100 °C

试剂

载体溶液	3% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Hg ²⁺ , 溶于弱酸溶液中

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的汞溶液应产生 0.07A 的信号。

注释

载气流速提高到 70 至 100 mL/min, 以实现指定的灵敏度。

在 100ml 的汞样品和标准溶液中加入 1 至 2 滴 5% (w/v) KMnO₄ 溶液, 能起到稳定溶液的作用。

将盐酸的浓度降到最低, 防止 KMnO₄ 提前还原。一般情况下, 100ml 的样品参考溶液加 1ml 的浓盐酸就足够了。较低的汞浓度 (< 10 µg/L) 可被样品杯壁吸收-这一现象取决于使用的材料。应检查样品杯的性质。

采用较长的剥离线圈可能达到更高的灵敏度。还原剂浓度过低 (如 0.02% (v/v) NaBH₄, 溶于 0.005% NaOH) 会降低干扰信号和空白值。

Hg3 用 NaBH₄ 和汞齐化, 汞的 FI-MHS 推荐分析参数

参数

技术	原子吸收
波长	253.7 nm
积分时间	20 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	100 °C

试剂

载体溶液	3% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Hg ²⁺ , 溶于弱酸溶液中

灵敏度测试

分析 1000µL 1 µg/L 的汞溶液应产生 0.03A 的信号。

注释

将 FIAS 程序的第三步骤改为 20 秒, 并将还原剂变为溶于 3% (v/v) HCl 的 1.1% (w/v) SnCl₂, 氯化亚锡 (II) 也可用作还原剂。

在 100ml 的汞样品和标准溶液中加入 1 至 2 滴 5% (w/v) KMnO₄ 溶液, 能起到稳定溶液的作用。提高样品体积可改善灵敏度。

参数

技术	原子吸收
波长	217.6nm
积分时间	15 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	900 °C

试剂

载体溶液	10% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Sb ³⁺ , 溶于 10% (v/v) HCl

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的汞溶液应产生 0.2A 的信号。数据用 EDL 获得。

注释

加热管温度为 1000 °C 可提高灵敏度。

在分析之前, 应将样品中的锑预还原。

在 10ml 中性的 Sb⁵⁺ 溶液中加入 1ml 浓盐酸和 1ml 5% (m/v) KI 和 5% (m/v) 抗坏血酸。立即发生还原反应。

参数

技术	原子吸收
波长	196.0nm
积分时间	15 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	900 °C

试剂

载体溶液	10% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Se ⁴⁺ , 溶于 10% (v/v) HCl

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的硒溶液应产生 0.200A 的信号。数据用 EDL 获得。

注释

应将载气流速提高至 100-130 mL/min。用长为 100cm, 内径为 1mm 的反应管可提高灵敏度。

在分析之前, 应在样品和标准溶液中加入 1:1 浓度盐酸, 在 90°C 下加热 20 分钟将硒预还原。在预还原后, 可稀释样品, 不存在从 Se⁴⁺ 变为 Se⁶⁺ 的风险。

Sn

锡的 FI-MHS 推荐分析参数

参数

技术	原子吸收
波长	286.3nm
积分时间	15 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	900 °C

试剂

载体溶液	饱和硼酸 (约 50 g/L), 溶于 1% (v/v) HCl
还原剂	0.4% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Se ²⁺ 或 Sn ⁴⁺ , 溶于饱和硼酸和 1% (v/v) HCl

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的锡溶液应产生 0.160A 的信号。数据用 EDL 获得。

注释

载气流速提高到 100 mL/min, 以提高灵敏度。

若灵敏度下降, 或出现记忆效应, 则将石英反应管浸泡在 40% 的浓氢氟酸中。

样品和标准品应具有相同的 pH 值。推荐值: pH 2-3。为获得最佳的灵敏度, 应使用上述溶液。

还原溶液中的气泡有干扰性。因此只可使用新鲜配制的溶液, 用磁力搅拌子不断搅拌溶液。

在氩气中加入 1% 的氧气, 可改善灵敏度。

Te

碲的 FI-MHS 推荐分析参数

参数

技术	原子吸收
波长	214.3nm
积分时间	15 秒
数据处理	平滑: 19 点
反应池温度	900 °C

试剂

载体溶液	10% (v/v) HCl
还原剂	0.2% NaBH ₄ , 溶于 0.05% NaOH
样品溶液	Te ⁴⁺ , 溶于 10% (v/v) HCl

灵敏度测试

分析 500µL 10 µg/L 的碲溶液应产生 0.350A 的信号。数据用 EDL 获得。

注释

在分析之前, 应在溶液中加入 1:1 浓度盐酸, 在 100°C 下加热 2 分钟将碲预还原。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器 (上海) 有限公司
地址: 上海张江高科园区李冰路 67 弄 4 号
邮编: 201203
电话: 800 820 504 或 021-38769510
传真: 021-50791316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问 <http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。

006952A_01_CN