

**微型化学原子化器
MCA-202
的性能特点及使用说明**

微型化学原子化器

MCA-202

性能特点及使用说明

目录

- 1 性能特点
- 2 功能原理
- 3 安装方法
- 4 操作方法
- 5 元素分析条件
- 6 重要提示

1 性能特点

微型化学原子化器是一种新型的氢化发生或冷原子吸收装置，是实用新型专利微型多功能进样装置的产品之一。专利号: ZL200420084256.7

MCA-202 的外观如图 1-2

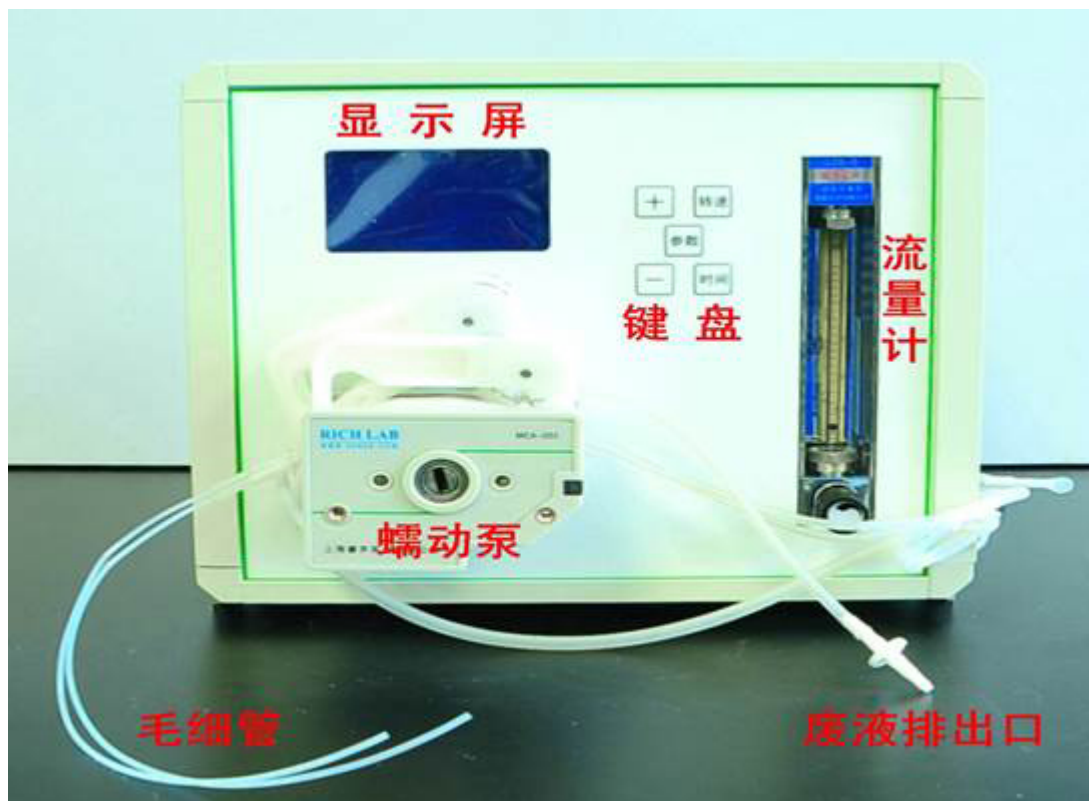


图 1 MCA-202 的正面图



图 2 MCA-202 的背面图

该装置适用于所有火焰型原子吸收光谱仪。为了适应不同 AA 仪器软件的要求，装置设计了自动控制系统，只需要按两次鼠标就可以在 10~30 秒内完成一次测量。

微型化学原子化器目前已用来测定 Pb, Cd, Hg, As, Bi, Sb, Se 和 Sn。

该装置除了灵敏度高、速度快、无背景、成本低外，与其它氢化物发生器或原子荧光比，最主要的特点是：

- 1 攻克了用氢化法测定 Pb 和 Sn 的困难，可以在 4% HCl 介质中测定实际样品中的 Pb 和 Sn；
- 2 建立了用冷吸收法在 4% HCl 中测定 Cd 的新方法；
- 3 系统无记忆效应，通常只要测定 1 次。对于 Hg 的测定尤其具有特别重要的意义；
- 4 可用于高盐（如 10% NaCl）高糖（如含糖 70% 的浓缩果汁或糖浆）样品中 As, Pb, Cd, Hg 的测定。

2 功能原理

化学原子化是基于上述元素在酸性介质中可以与强还原剂 NaBH_4 发生化学还原反应，生成容易原子化的气体氢化物或基态原子，改变了这些元素的原子化模式，其检测限可达到 $10^{-9} \sim 10^{-12}$ 。如 As 在 HCl 介质中被新生态氢逐渐还原成共价型化合物 AsH_3 ，这种化合物只需要几百度就能原子化。微型化学原子化器是一种新型的氢化发生或冷原子吸收装置，是实用新型专利微型多功能进样装置的产品之一。

需要指出，离子状态的 Hg 在反应中被还原成金属 Hg 而非氢化物。Cd 在反应中可能生成了极不稳定的氢化物或基态原子，这两个元素均用冷吸收法测定。因此该装置既是氢化物发生器又是冷吸收装置，将其称为化学原子化器比氢化物发生器更为准确。用冷吸收法测定 Cd 是 2008 年 1 月 6 日由龚治湘首次用微型化学原子化器在原子吸收光谱仪上建立的。

微型化学原子化器是在总结大量实践经验的基础上，全面解决了一般氢化物发生器中的一系列问题。既能测定 As, Sb, Bi, Se 等元素，又能很好的测定痕量 Pb, Sn, Cd 和 Hg。

3 安装方法

3.1 在开始菜单中将测定技术设置为 MHS。

3.2 测定前首先需要将灯充分预热至完全稳定。为了保证光能量能最大限度通过 T 型管，建议建立并保存一个测定 Cu 的方法（虽然不能测定这个元素，但可借其红光调整光路（EDL 灯及紫外区的灯光不可见），调整后保存此位置，测定 AsCdHg 等元素就不需要再调整了。

3.3 将化学原子器置于原子吸收主机前面小工作台上，如图 3-4（最好紧靠主机，使发生器和主机 T 型管的连接距离最短）。

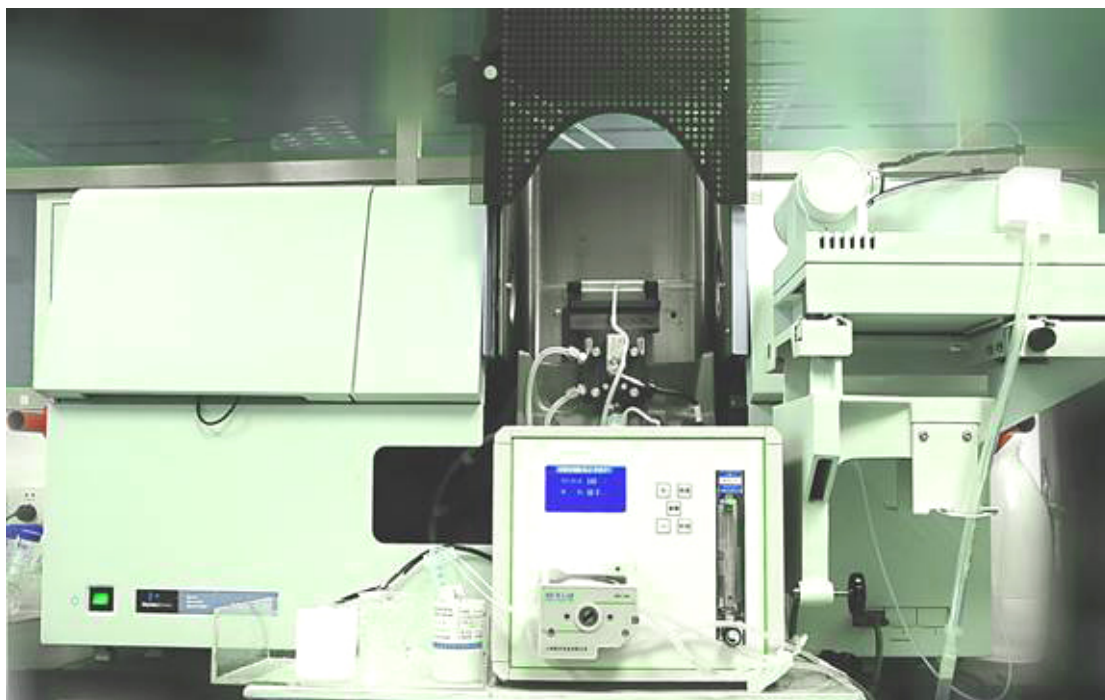


图 3 安装在仪器正面台板上的 MCA—202



图 4 安装在仪器侧面的 MCA—202

3.4 将 T 型石英管安装在支架上, 并将支架安插在燃烧器的燃缝处, 如图 5。打开火焰工作窗口, 用套在 T 型管上的对光板和软件调节石英管的垂直和水平位置, 保证光通量最大限度从管中通过。这一点对测定至关重要。

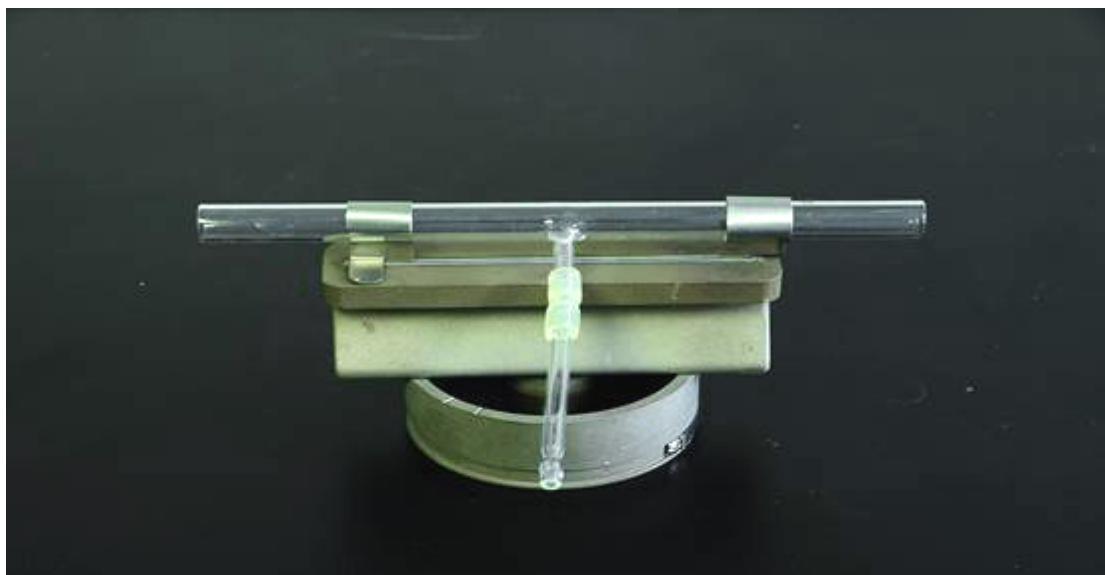


图 5 安装在燃烧器上的 T 型石英管

3.5 在氩气关闭的情况下, 将氙气接入发生器, Ar 气压力为 0.3-0.4Mpa, 连接电路和鼠标。

3.6 将两支小泵管安装在泵的夹板上, 泵管的一头与进液毛细管连接, 另一头连接在绕有多圈毛细管(存样环)上并与发生器的毛细管连接。粗泵管为废液管, 安装在另一泵管夹板上, 并与发生器的废液管连接, 废液管插入废液桶中。

3.7 将发生器后方的出气管与 T 型石英管连接。

3.8 测定 Hg 和 Cd 需要在 T 型管前连接一个安装有透气膜的滤水器(图 6), 透气膜光滑面朝进气方。滤水器用完后拧松放在有干燥硅胶的密封容器中保存, 下次使用时再拧紧连接在 T 型管的前方。



图 6 滤水器

4 操作方法

- 4.1 编辑方法时，设定元素，测定时间为 **10~25S**，Cd 为 10-13 秒，Hg 为 20-25 秒，其他用 13-16 秒。延时 **1—6S**，一般为 2S，重复次数 1~3 次。测定方式选定峰高。标准液浓度根据不同元素可以为 **0.5-100ng/mL**。
- 4.3 除 Hg 和 Cd 外，需要点火加热， C_2H_2 和空气压力根据不同型号的仪器有所不同，**原则是能维持火焰不灭**，如 AA800， C_2H_2 可为 1l/min，空气 10l/min。900TC C_2H_2 为 1.68，空气 6l/min。
- 4.4 小心将流量计开关打开，最大流量可控制为 1600mL/min。
- 4.5 准备一个托盘置于发生器左侧，盘中放置两个 50 或 100ml 烧杯及试液和 $NaBH_4$ 溶液，杯子内盛满纯净水（这样可以避免溶液洒落在台面上）。
- 4.6 将泵管和废液管压紧，泵管的毛细管放入蒸馏水中，**按发生器鼠标，观察泵的运行情况，二泵管的进液应速度一致，废液排放顺畅。**
- 4.7 **原子化器的面板上设有液晶显示屏和键盘**，通过键盘中间参数键查询不同元素的测定条件；通过泵速键用“+”或“-”，可以在 **85-115r/m** 内改变泵的转速；可以通过延时键改变延时时间为 **1—6 秒**，调节后应将此键复位。建议延时时用 2S，泵速为 100-115r/m。过高的泵速易损坏泵管，**建议用 100-105r/m。**
- 4.8 将计算机鼠标和发生器鼠标放在方便操作的地方，并将二毛细管分别插入试液和试剂中，在计算机鼠标启动测量标准或样品的同时按下发生器鼠标，待泵停止转动时，立即将二毛细管取出放在水中清洗随即置于另一杯水中再次按下鼠标，以水为载流将试液送入反应器。待计算机显示屏上出现插入下一个溶液的提示，再次按下二鼠标，至测量过程结束屏幕上显示测量信号，按同样的方法进行下一次测量。

5 元素分析条件

5.1 推荐条件（请点击仪器面板上的参数键查阅）

As, Sb, Bi, Se, Te, Pb

- 1 HCl As,Sb,Bi,Se,Te, Pb :10% HCl;
- 2 $NaBH_4$ 1% (1%NaOH);
Pb: 1%NaBH₄, 铁氰化钾 1%, NaOH 4%, 稳定剂 2%
- 3 Ar: 1000-1200ml/min
- 4 As, Sb 试液用 **5%硫脲--5%Vc 预还原成 3 价**

Sn

- 1 **4%HCl**
- 2 $NaBH_4$ 2% (3%NaOH)
- 3 Ar: 1000-1200ml/min

Cd, Hg

- 1 5%HCl ;
- 2 NaBH₄: Hg 同 As; Cd 2.5% (0.8%NaOH)
- 3 Ar: Cd 1400-1600/min; Hg 400-500ml/min
- 4 不要加热, T型管前接滤水器

5.2 标准系列的配制

浓度范围 (建议)

Cd 0.5~2ng/ml 或 0.2-1ng/ml

Hg 2~10 ng/mL

Bi, Sb, Se 2~20 ng/mL

As, Pb, Sn 5~50 ng/mL

5.3 NaBH₄溶液的配制

本方法要求用 NaBH₄为还原剂, 根据样品的多少每次配制 50-100mL。NaBH₄溶液的稳定性差, 最好现用现配 (测定 Pb, Cd 的试剂稳定性更差)。低温保存可以使用几天或一个星期。

6 重要提示

- 6.1 测定痕量 As, Sb, Se, Hg, Pb 和 Cd 等元素是一项难度很大的分析项目, 工作人员需要阅读有关这方面的资料并要有一个熟悉和掌握过程。
- 6.2 溶液的制备是极为重要的一环, 需要有样品前处理知识。可采用微波炉溶样, 也可用湿法分解, 要注意温度对易挥发元素造成的损失和酸度的影响。测定 Pb、Cd、Sn 受酸度影响大, 处理样品时应将余酸蒸发至 1ml 左右 (不能强热蒸干!), 这样, 试液定容分取后受酸度影响小。
- 6.3 测定前, 灯的预热极为重要, 一定要让能量达到稳定, 由于 SeAs 的测定波长位于远紫外, 测定 Se 和 As 应用无电极灯, 其预热时间需要约 1 小时, Hg 阴极灯要预热半小时以上;
- 6.4 元素的价态不同, 灵敏度有很大差异, As 和 Sb 应预先用硫脲和抗坏血酸还原为 3 价(常温下 As 的还原需要半小时以上), 如果要测定 Se (如奶粉等), 在分解试样结束前应在 1+1 以上的 HCl 中煮沸 3min 还原为 4 价。
- 6.5 用化学原子化测定 Pb 和 Cd 要求极为苛刻的条件, 本装置和技术首次开创了用氢化法测定

Pb 并用冷吸收法测定 Cd 的方法，但是需要在某些特定试剂的条件下才能有好的效果。

6.6 特殊试剂的应用

用氢化法通常不能测定 Pb 和 Cd，本技术配合两种专用试剂解决这个难题。

测定铅反应试剂的配制：

称 2.0g 铅稳定试剂，连同 1gNaBH₄，4gNaOH，1gk₃Fe(CN)₆一起溶于 100mL 水中。

镉增敏试剂的使用：

称取镉增敏试剂 5g，硫脲 5g 溶于 100ml 水中，使用时按 10mL 试液加 1mL 计算加入到试液中。

6.7 应特别注意试剂，水和器皿带来的影响。空白对结果的影响极大，操作空白最好有两份。在测定标准以前，应将校准空白多测定几次，测定样品前，需要将校准空白和样品空白测定至稳定。

6.8 泵在运行时应经常给泵管加硅油，并对泵管夹板和电机转轴进行清洁；如果泵管用得太久，可将泵管两端掉换或更换新管。废液排放应畅通无阻，如果废液不能及时排放，会造成发生器内积液，使测定失败。如果内部积液，应将备用废液管的堵头拔去并放出废液。

6.9 如果环境温度很低（如冬天室内仅几摄氏度），需要将 Cd 的试液和用于载流的水稍微加热，否则测定 Cd 时无信号！

已经测试过的主要样品

- 1 不经消化直接测定 大米，面粉，奶粉，辣椒粉，圆白菜中 Cd。
- 2 用冷吸收法直接测定食盐，酱油，海水，饮料中的 Cd
- 3 不经消化直接测定食用油中 Pb。
- 4 浓缩果汁（含糖 70%），果糖中 As, Pb, Cd, Hg 的测定
- 5 食品中痕量 As, Pb, Cd, Hg, Se 的测定。
- 6 药材，药品中痕量 As, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 7 海水中 As, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 8 海产品中 As, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 9 太湖，巢湖，波阳湖水中痕量 As, Sb, Se, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 10 土壤及水系沉积物中 As, Sb, Bi, Cd, Hg 的测定。
- 11 定高纯硫酸铜中 As 的测定。
- 12 高纯 Zr, ZrO₂ 中 Cd 和高纯 CaCO₃ 中 As 的测定。
- 13 黄铜矿，铜精矿，铅精矿中 Se, Te 的测定。
- 14 铁矿石中 As 的测定。
- 15 石脑油中 AsPbCdHg 的测定。
- 16 金属及合金中 As, Sb, Bi, Sn, Pb, Se 的测定。
- 17 化工产品：KCl, NaCl, K₂SO₄, ZnSO₄, FeSO₄, ZnO, H₂C₂O₄, CaHPO₄, CaCO₃, NaOH, HCl 等痕量 Pb 的测定。
- 18 化妆品中痕量 As, Sb, Pb, Cd, Hg 的测定。

- 19 次氯酸钠中 As, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 20 水解蛋白（含盐 42%）中 Pb 的测定。
- 21 玻璃珠中痕量 As, Sb, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 20 玩具, 陶瓷及不锈钢浸出液中 As, Pb, Cd, Hg 的测定
- 22 饲料添加剂 ZnO, FeSO₄, 丁酸钠等样品中 AsPbCdHg 的测定
- 23 印刷品及油漆材料中 As, Pb, Cd, Hg 的测定
- 24 香烟过滤嘴纸中 As, Pb, Cd, Hg 的测定。
- 25 筒中 Pb 的测定。
- 26 血和尿中 AsPbCdHg 的测定
- 27 龙头浸泡液中 As, Pb,Cd,Hg 的测定。
- 28 纺织品浸泡液中 As,Pb,Cd,Hg 的测定。

本产品的质量保障措施:

- 1 本产品是新近研究的一种快速测定 ppb 级 As, Sb, Bi, Hg, Pb, Cd, Se 和 Sn 的装置。它的主要特点是灵敏度高, 无背景, 速度快, 成本低。尤其可以在 10% HCl 中测定痕量 Pb, 并能在 5% HCl 中用冷吸收法测定 1ng/ml 以下的 Cd。操作人员必须在充分阅读理解说明书的各项指标和要求的基础上, 经过训练达到要求后才能取得好的效果。
- 2 与一般仪器不同, 装置上的任何大小部件不是随意在市场可买到的, 工作人员不能随意拆解和丢失。
- 3 泵管是本装置的易耗品, 使用一段时间后, 由于变形影响输液速度, 引起灵敏度降低, 重现性变差。应注意给泵管涂硅油和调换泵管的位置, 如不能继续使用, 请更换泵管。
- 4 本装置保修期为 1 年, 如实属设备本身的问题, 负责维修。如因操作不当, 应收取一定的费用。联系电话: 13311807713