



AF7500型双道氢化物-原子荧光光度计使用中须注意的几个问题

李维民

(北京市东西电子技术研究所)

氢化物发生-原子荧光光度计是一种结构简单、操作简便的痕量元素分析仪器。具有灵敏度高、线性范围宽、分析速度快、重现性好等特点。在环境保护、食品卫生检测、医药卫生及生命科学研究、农产品和植物及地球化学的微量元素测定等领域得到了越来越广泛的应用。

北京市东西电子仪器有限公司研制开发的 AF7500 型双道氢化物-原子荧光光度计综合了现代计算机技术、光电技术、膜分离技术等现代技术的最新成果，仪器的多项性能指标达到了目前国内、外领先水平。

关键字：氢化物发生、原子荧光光度计、痕量元素分析仪器、微量元素测定、膜分离技术

仪器主要特点为：

- 1、检测限低，目前 11 种元素的检出限为 $10^{-10} \sim 10^{-12}$ g/ml.
- 2、双光路设置，可同时测定两种元素；八通阀与蠕动泵有机结合，实现了连续流动双通道交替进样，提高工作效率一倍。最近还在此基础上完成了自动进样器的试制并与主机连接运行，达到设计目标。不久便可面市，可以为用户提供更高效、优质的仪器。
- 3、气水分离系统，国内同类仪器中多采用水封式气液分离器，它的缺点是气、液分离不彻底，影响仪器信噪比。本仪器首创红外线控制液面、膜分离式气液分离系统，使气、液分离更彻底。真正实现无色火焰，噪声水平大幅度降低，检出限明显改善。



- 4、使用了先进的远红外加热原子化器，升温快，恒温精度高，使用寿命长。
- 5、气路自动控制，自动保护，确保安全分析。
- 6、先进的计算机控制系统，实现了分析过程自动化。使用 AF7500 工作站可方便地进行采样、谱图显示、样品表生成、谱图存储以及打印报告等功能。

另外，仪器说明书中又详细给出了各种元素测定的参考条件。因此，该仪器的操作技术很容易掌握。但对于初次接触该仪器的人员还难免会产生一些问题。现就用户反映的问题及我个人的操作实践谈几点体会，与大家交流。不妥与谬误之处敬请不吝赐教，本人不胜感激。

一、一定要在仪器说明书要求的环境中使用

1、首先要保证仪器供电电压稳定。因为原子荧光测定是把待测元素的氢化物或气态物质在氩氢火焰中原子化，在元素灯发出的特征谱线激发下使原子跃迁发出荧光。这种荧光信号是非常微弱的，需经光电转换和信号放大再由计算机处理后以电信号的形式显示在屏幕上，用峰面积形式反映元素浓度。因此，微小的电压波动都会影响测定。

2、空气湿度太大会影响仪器正常工作，在湿度大的地区应该安装空调。

3、氢化物发生-原子荧光测定的元素多为有毒物质，如砷、汞、铅等，其气体从火焰中逸出对人体有害。因此，一定要安装排气装置。

二、测定之前先调整好仪器状态

测定之前先检查气路和水路是否连接妥当。

本仪器虽装有气路自动保护系统，但操作时还应坚持“先开气，后开泵（蠕动泵）；先关泵，后关气”为好。并应注意以下几方面：

1、调光



安装元素灯，并调整灯的位置，使元素灯发出的光束的焦点落在原子化器石英管口的正中央上方。（可用一张小纸片在光路上观察。）

2、灯电流的选择

根据原子荧光光谱法的原理，荧光强度与激发光源的辐射强度成正比。对于脉冲供电的空心阴极灯，灯电流在 10-100mA 范围内，随灯电流的增加，所检测的荧光强度值也增加，但是，某些灯的噪声水平也增加。所以在实际应用中，固定其他测定条件时，改变灯电流的大小，使噪声水平较低而荧光响应值最大，确定为最佳灯电流。

灯电流的选择原则是：在灵敏度足够的条件下，尽量选择低的灯电流值，以获得最佳的稳定性和信噪比，从而也延长灯的使用寿命。对于双阴极灯，其辅助电流的选择与一般灯电流的选择是一样的。但辅助电流不应大于主电流。

3、负高压的选择：负高压是指供给光电倍增管的工作电压。一般在 200-400v 之间选择。它的大小直接影响仪器的检测灵敏度。

在待测定元素的线性范围内，每增加 20v，灵敏度增大约一倍。它的最终选择可根据所测定元素的标准溶液的浓度范围和不同元素来确定。一般原则是有足够的灵敏度，就选择较低的负高压。选择高的负高压，仪器噪声和空白值也相应增加，从而影响测定精密度。

4、调气

在气体发生技术中，一定流量的载气是需要的，而且载气从反应溶液中通过，可以加速反应。载气和屏蔽气的流量，也可以影响测量荧光峰的大小。可调整载气和屏蔽气流量，使荧光峰面积最大。

须提醒注意的是，气流量不可过大。因为过高的载气流量会稀释火焰中原子



浓度，并缩短原子在火焰中的停留时间，使灵敏度降低；过大的气流还会把水滴吹到气水分离膜上降低透气性从而影响测定。

三、严格配制工作溶液

说明书中提供的元素测定“参考条件”是我们参考了相关资料并通过多次实验验证后确定的，在配制工作溶液时还应注意以下几点：

1、注意溶液酸度。溶液的酸度对氢化物的生成影响很大，甚至成为测定成败的决定因素。每一种元素生成氢化物的条件不同，对溶液的酸度要求也不同。对于锡、铅、镉、锌等对反应酸度要求很高的元素，在配制工作系列时还应考虑移取标准储备溶液时带入的酸度。测定铅时，一定要使反应后排出的废液保持在8~9之间，保证氢化物最高的生成率。

2、配制硼氢化钠溶液必须在水中先加入一定量的氢氧化钠以保证溶液的稳定性。同时，硼氢化钠在直接光照下或高温下会分解产生气泡，影响测定精度。因此，最好将其放入带有黑罩的塑料瓶中，并防止高温影响。一般硼氢化钠溶液应该在每天工作前配制，尽量不要使用隔天的剩余溶液。

硼氢化钠售价较低。但在测定锌和镉等元素时，采用硼氢化钾效果较好，故建议使用钾盐。硼氢化钠和硼氢化钾一般可互相代替使用。但为了维持硼氢根的量相一致，在用硼氢化钠代替硼氢化钾时，应该乘一个系数0.7，即硼氢化钠量=0.7硼氢化钾量。

3、“参考条件”中，不少元素标准溶液中都加入了其他的试剂，这些试剂都有其特定的作用。比如：砷标准溶液中加入硫脲和抗坏血酸是为了把五价砷还原成三价；汞标准溶液中加入重铬酸钾是作为稳定剂；测定镉（Cd）时加入氰化钾（KCN）是为了掩蔽铜的干扰，加入硫酸钾和氯化钡是为了使铅共沉淀从而



消除干扰。诸如此类，一般都是不可少的。但如果确实知道试样中没有这些干扰元素，比如测镉时试样中没有铜和铅，就可以不加氰化钾和硫酸钾及氯化钡。

4、注意待测元素的价态

不同价态的元素生成氢化物的条件不同（因此可进行元素的价态分析）。在调制待测元素溶液时必须注意把待测元素的价态调整到需要的价态，比如在测定砷和锑时要在工作溶液中加入硫脲和抗坏血酸并放置一定时间。目的是把五价的砷和五价锑还原为三价。因为只有三价的砷和锑才能在推荐的条件下生成氢化物用于测定。还有铅要氧化为四价；六价的硒和碲要还原为四价。

四、注意防止污染和沾污

在痕量分析中样品的空白值过高往往是由于样品的沾污。主要有以下几方面原因：

1、实验室环境污染和沾污

比如空气中的飘尘污染；极谱实验中的汞蒸气污染等。

解决的办法：实验室除尘；远离极谱实验室

2、试剂对样品的沾污

比如酸的纯度不够，水的纯度不够等都会带来测定误差甚至无法测定。

对策：使用高纯试剂，凡原子荧光用试剂都必须是分析纯以上的试剂。使用高纯去离子水或二次蒸馏水。可在测定前检查试剂纯度，必要时更换试剂或进行提纯。

3、器皿对样品的沾污和吸附

比如器皿洗涤不到位引起沾污；器皿材质中的物质污染（玻璃中的铅，乳胶管中的锌等）；贮存溶液的容器的吸附等。



对策 :使用的器皿要在基本用自来水洗净的基础上 ,浸入 10%硝酸溶液中浸泡 24 小时以上 ,再用去离子水洗净。

使用惰性材质的容器贮存溶液 ,比如使用聚乙烯塑料桶装去离子水 ,并用聚乙烯管或硅胶管输水。含有汞的溶液最好装在硬质玻璃或聚四氟乙烯瓶中。

4、分析工作者对样品的沾污

主要是分析者的手对试样的沾污。比如用手去拿进样管的末端 ,然后把进样管末端插入样品溶液中 ,手上沾的少量物质 (比如化妆品 ,多数含有锌 ,有的含铅)就可能导致样品污染。因此要求分析工作者在操作时一定不要用手去掐进样管的进样口端。

5、另外 ,样品之间由于浓度相差太大而造成交叉污染的情况也应注意。测定标准系列时 ,一般顺序是从低浓度到高浓度 ,不会造成污染。在标准系列测定之后 ,测定样品之前必须用去离子水清洗进样管。

五、对于氢化物发生-原子荧光法测定须说明的问题

大多数分析方法是相对法 ,比如 :比色法、原子吸收光度法等。氢化物发生-原子荧光法直接测定的是与元素浓度相对应的荧光强度 ,一般用标准曲线法或标准加入法来比较计算出待测样品中的元素含量。测定的荧光强度不仅和样品中的元素含量有关 ,光源、火焰、电压、气流的稳定程度也有影响 ,溶液状况以及测定过程中出现的气相或液相干扰等诸因素都会在荧光曲线上反映出来。甚至环境的温度、湿度都有影响。还与操作人员的熟练程度、操作手法有关。而且原子荧光法测定的是痕量级元素 ,以上这些因素又是很难一一严格控制的 ,只要稍有波动就会引起荧光值的变动。因此 ,同一个样品在不同时间测定 ,测定的荧光值可能不等 ;同一个样品不同的人测定 ,测定的荧光值不一定相同。但是 ,只要标



准曲线的相对标准偏差在规定范围内 ($RSD \leq 3\%$), 相关系数 $r \geq 0.998$, 并且试样处理得当, 就可以得到准确的测定结果。这里要注意的是: 试样一定紧跟标准系列进行测定, 两者相隔时间不宜太久。如果同时测定的试样很多, 测定时间较长, 则应在试样中间穿插再测一次标准系列, 进行校准。

也因为存在着这些不同的影响因素, 仪器的工作条件不可能是完全一致。我们在说明书中提供的仅是在纯标准溶液测试时的“参考条件”, 实际样品的中会有一些差异, 用户应参照说明书在应用中摸索总结出自己的最佳工作条件。