

超痕量Tl、As和Hg的GFAA分析技术



杨仁康 13916504259

14th Aug. 2018

40
YEARS OF
MAKING
LIFE BETTER
IN CHINA

ARE YOU
IN?



痕量一词在不同时期有不同的数量水平

- 20世纪初期，以化学分析为主，可以定量到0.1-0.2%的组分。痕量是指含量低于上述组分，即可定性但不能定量的组分统称为痕量组分。
- 20世纪40-50年代，一些简便、快速、灵敏的仪器分析方法逐步取代经典化学分析方法。痕量组分是指含量低于 $100\mu\text{g/g}$ 的组分，这个定义一直沿用到现在。

痕量分析的定义： 样品中待测组分含量低于 $100\mu\text{g/g}$ 的分析工作

超痕量分析的定义： 样品中待测组分含量低于 $1\mu\text{g/g}$ 的分析工作

（超）痕量一词的含义随着痕量分析技术的发展而有所变化

现代超痕量元素分析技术可检测0.1PPb的痕量元素，最高精度可达十亿分之一。是目前精细的微量元素分析技术，是微量元素分析技术的发展趋势。

应用领域：环境科学领域、生命科学领域、材料科学领域等

在超痕量分析中，按常规操作，通过取样、制样（包括分离和富集）等操作处理以及实验用水、试剂、器皿乃至实验室的大气等等因素所带进去的沾污往往不可忽视，有时甚至会超过待测组分的含量。

如何利用石墨炉达到和保证超痕量分析？

1、无极放电灯



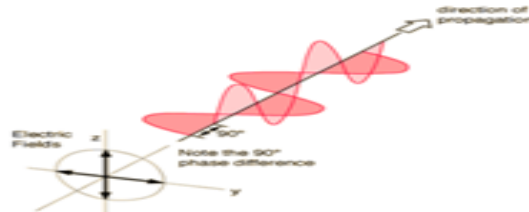
2、高灵敏度石墨管



3、增加进样量 20uL → 40uL或更大

4、富集进样 累计进样，如五次等，进样量 $40 \times 5 = 200\text{uL}$

5、超强的扣背景能力：纵向塞曼扣背景



6、其它，如：标准加入法、STPF、通空气等

1、无极放电灯

■ 空心阴极灯HCLs

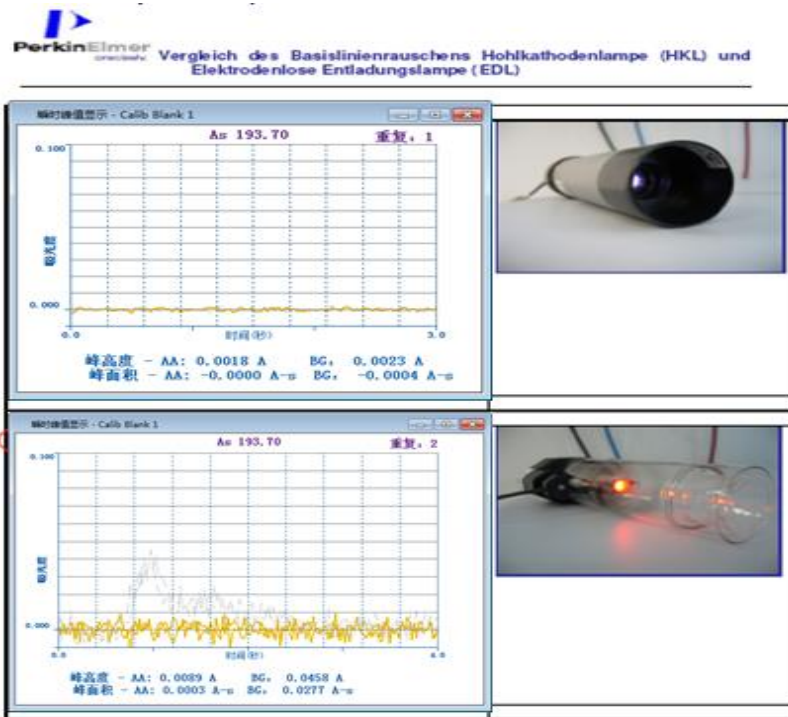
- 最佳性能
- 长寿命
- 自适别
- 易安装
- 自准直
- 严格的出厂测试和质量保证

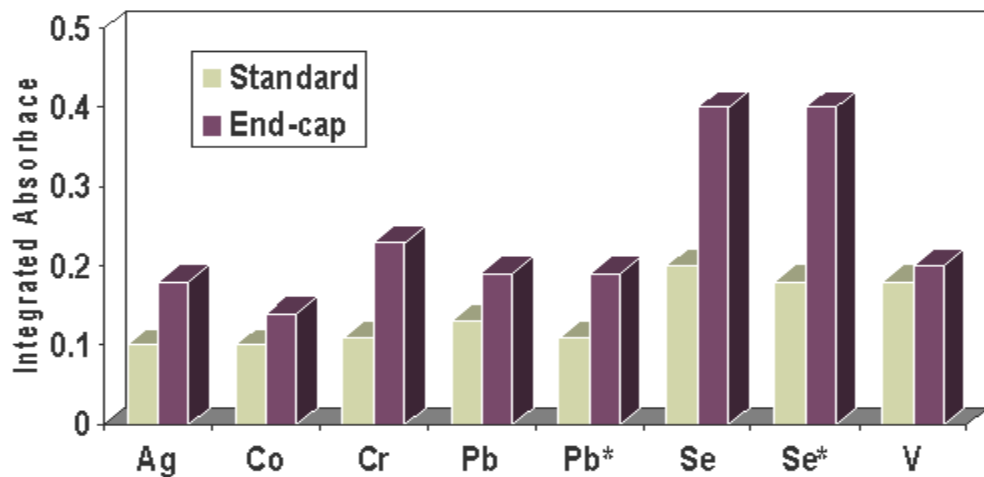
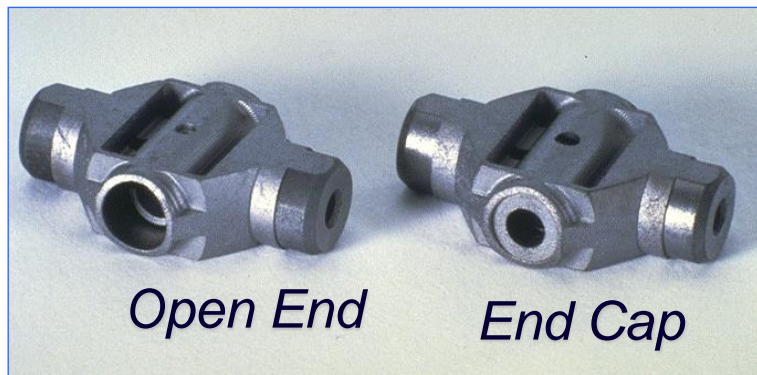


➤ 无极放电灯EDLs对As, Hg, Tl等元素提供更佳的精度和检出限

- 更长寿命
- 自调整
- 易使用

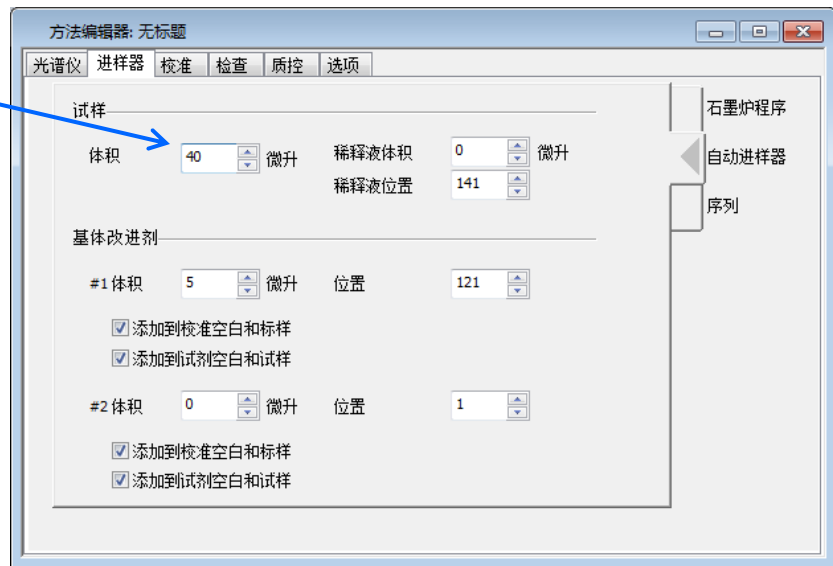
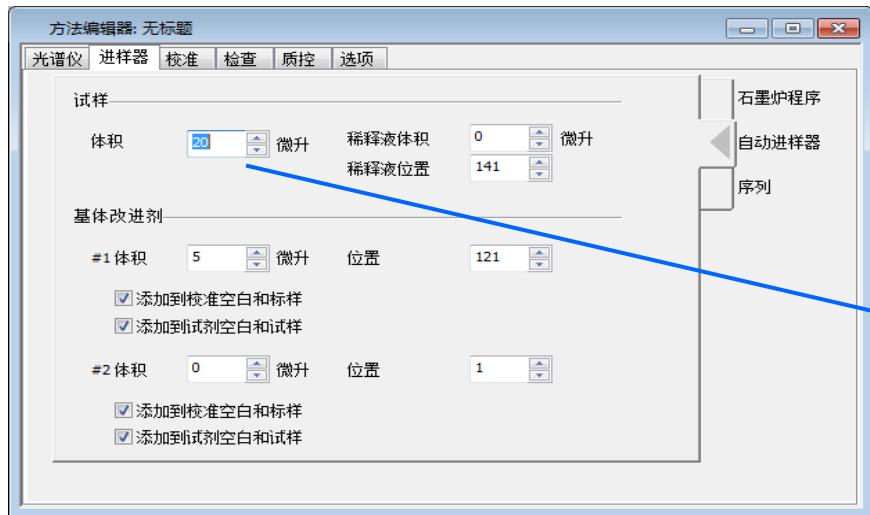
➤ 为什么要使用EDL!

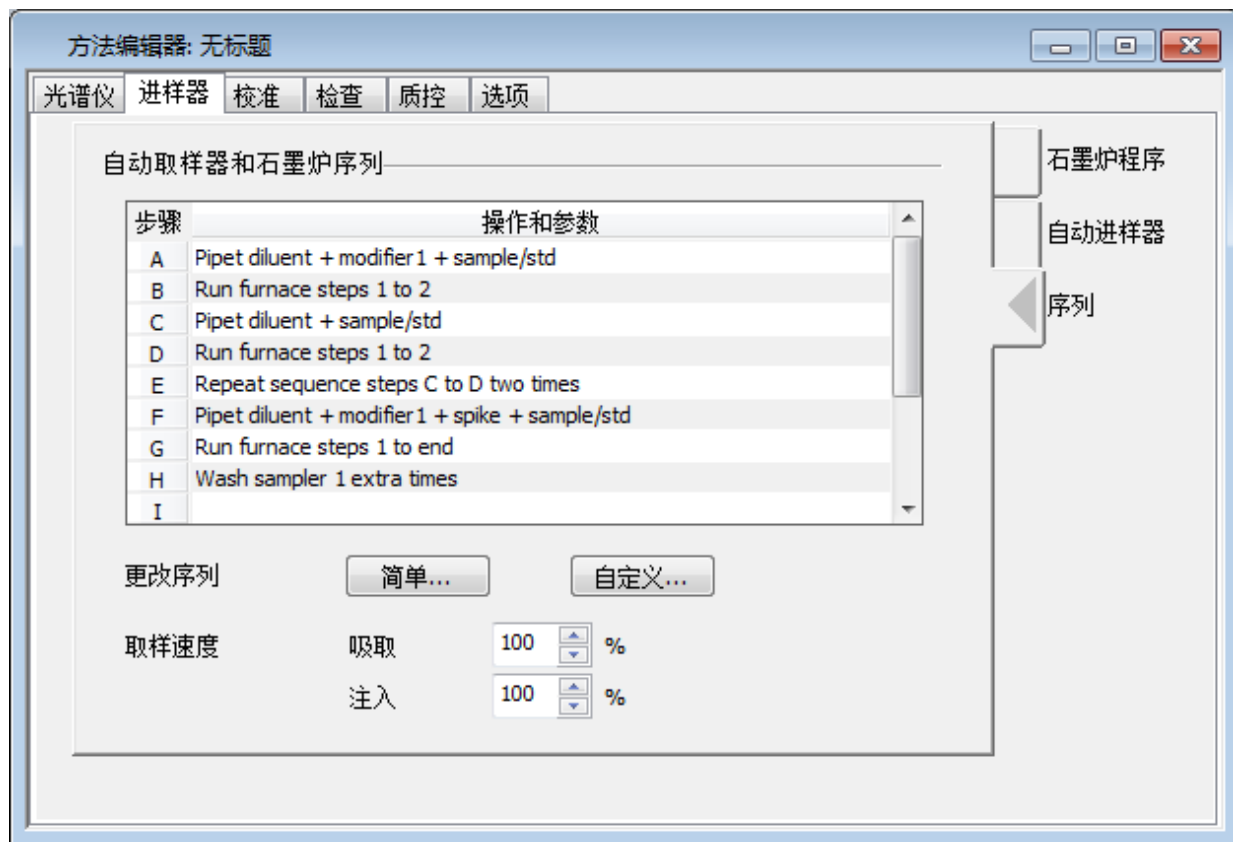




* with Matrix Modifier

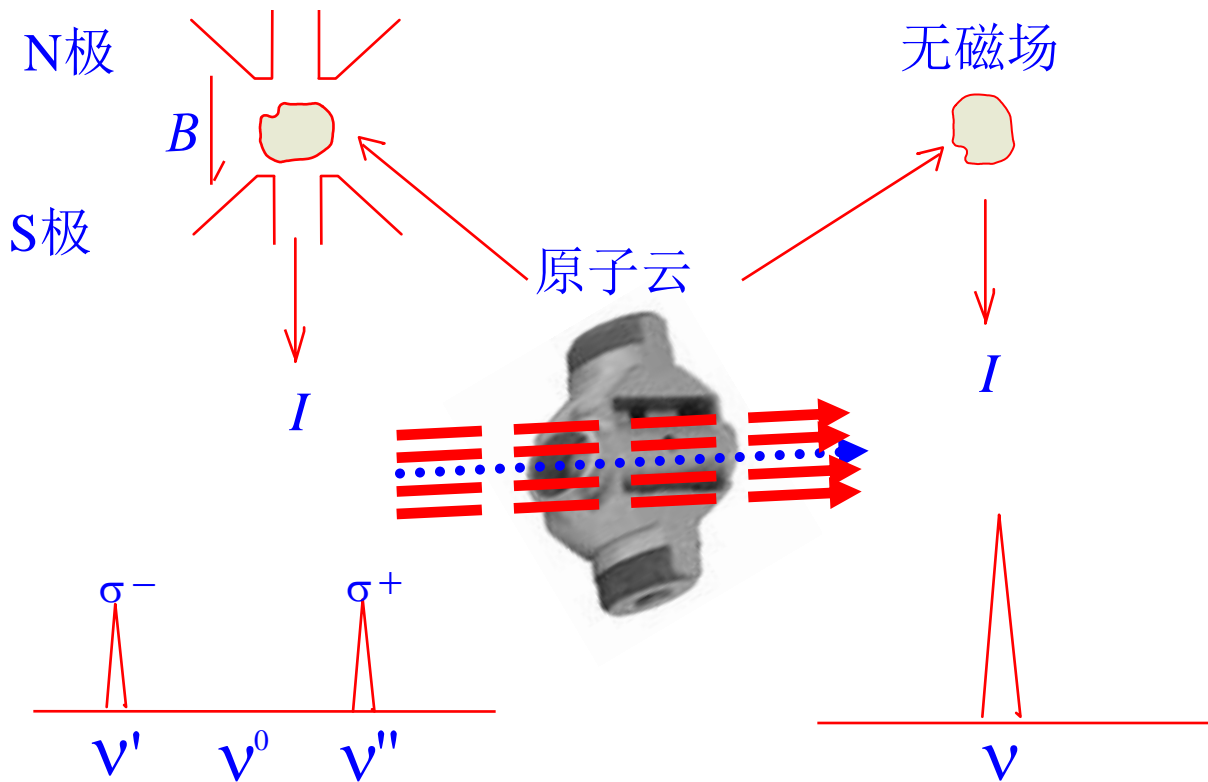
3、增加进样量



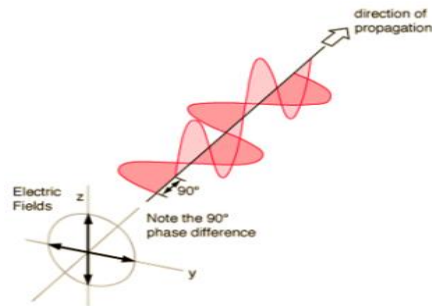


5、超强的扣背景能力：纵向塞曼扣背景

纵向塞曼效应



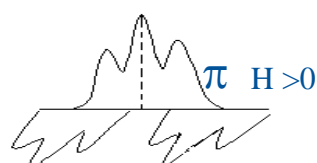
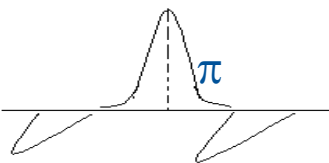
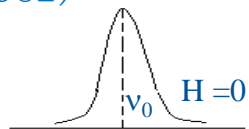
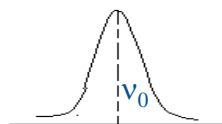
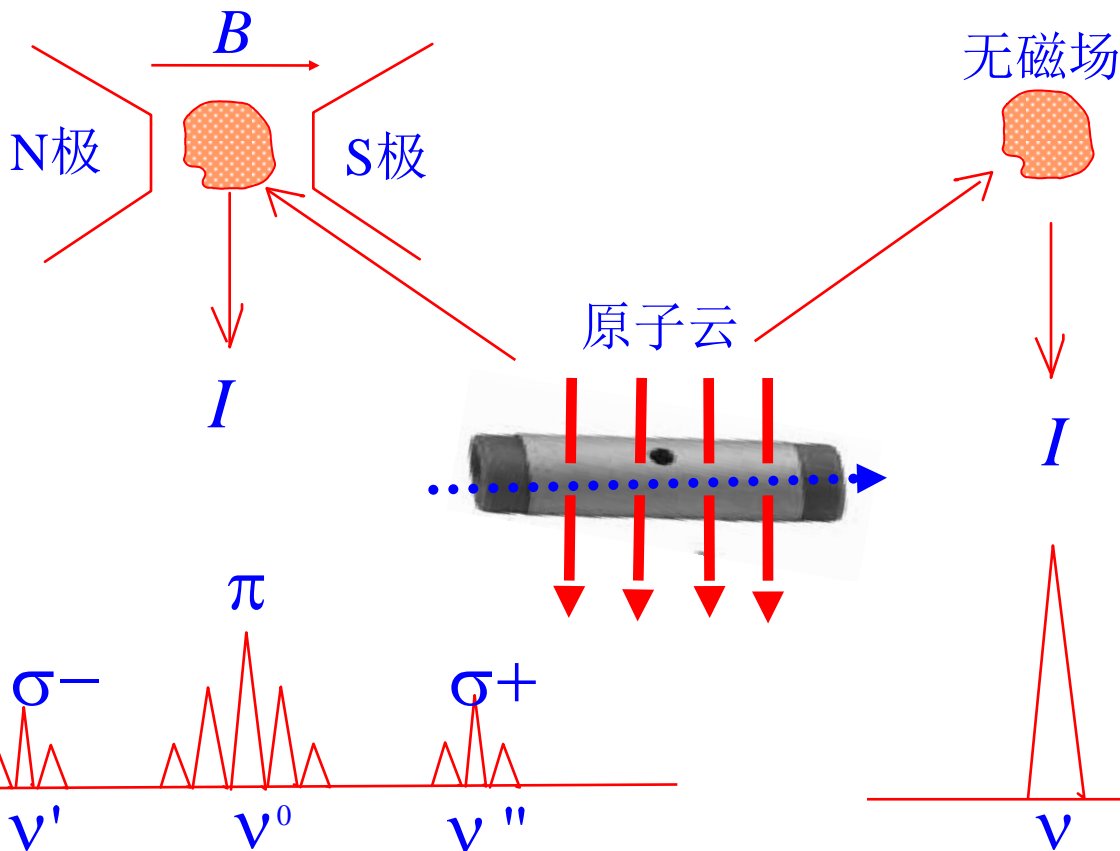
Model 4100 ZL THGA
THGA (1990)



与横向塞曼扣背景区别

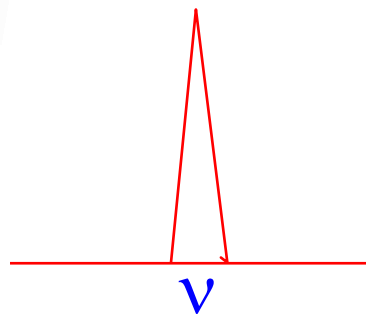
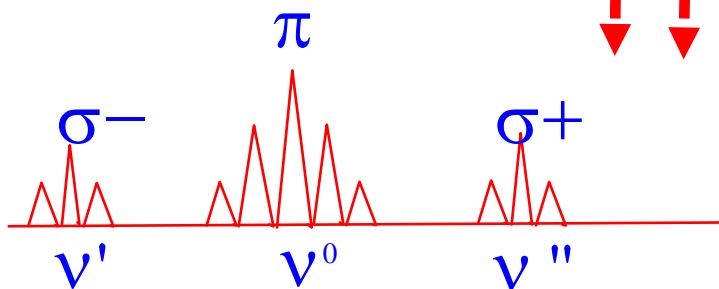


Model Z/5000
Zeeman HGA (1982)



σ^- σ^+
正常Zeeman效应

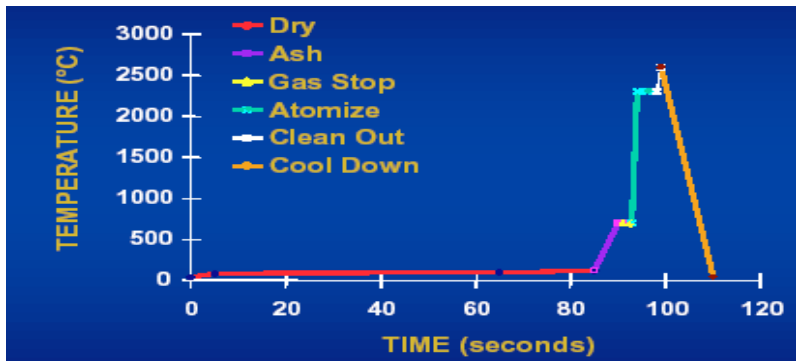
σ^- σ^+
反常Zeeman效应



6、其它，如：标准加入法、STPF、通空气等

经适当溶剂稀释后，经进样在石墨管中通过干燥、灰化、原子化等步骤达到消化、分离、最终获得分析结果。

优点：无需消化，可以直接分析样品。检出限低，ppb级，所需样品量少等。



Method Editor: Naphtha-As

石墨炉程序

读数步骤: 4

注入温度: 20 摄氏度

额外的石墨炉清洗

步骤 #	温度 (摄氏度)	Ramp 时间 (秒)	持续时间 (秒)	内部流量 (毫升/分钟)	气体类型
1	90	5	30	250	正常
2	140	30	30	250	正常
3	1200	10	20	250	正常
->4	2000	0	4	0	正常
5	2450	1	5	250	正常
6					
7					
8					
9					
10					

Method Editor: Naphtha-As

石墨炉程序

读数步骤: 5

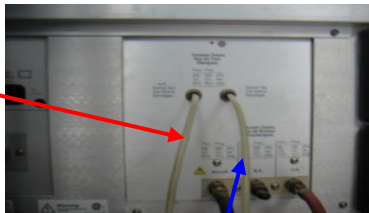
注入温度: 20 摄氏度

额外的石墨炉清洗

步骤 #	温度 (摄氏度)	Ramp 时间 (秒)	持续时间 (秒)	内部流量 (毫升/分钟)	气体类型
1	90	5	30	250	正常
2	140	30	30	250	正常
3	500	15	15	250	特殊
4	1200	10	20	250	正常
->5	2000	0	4	0	正常
6	2450	1	5	250	正常
7					
8					
9					
10					



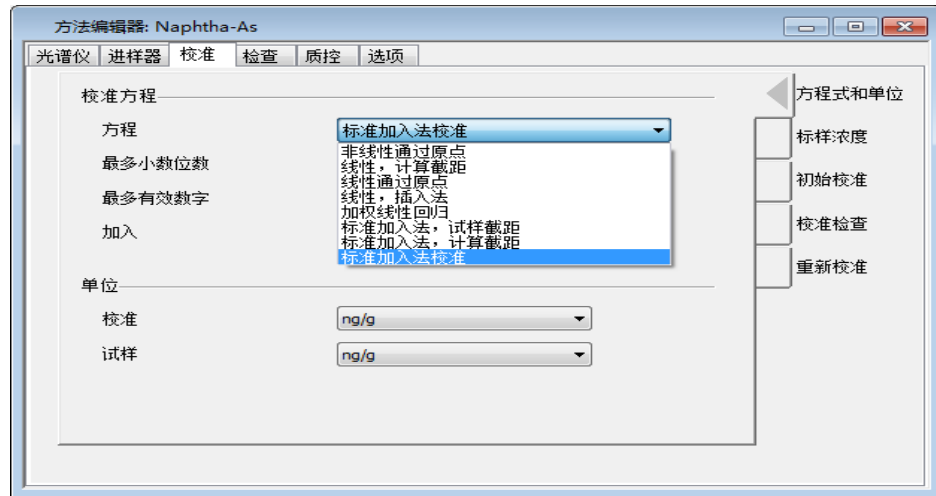
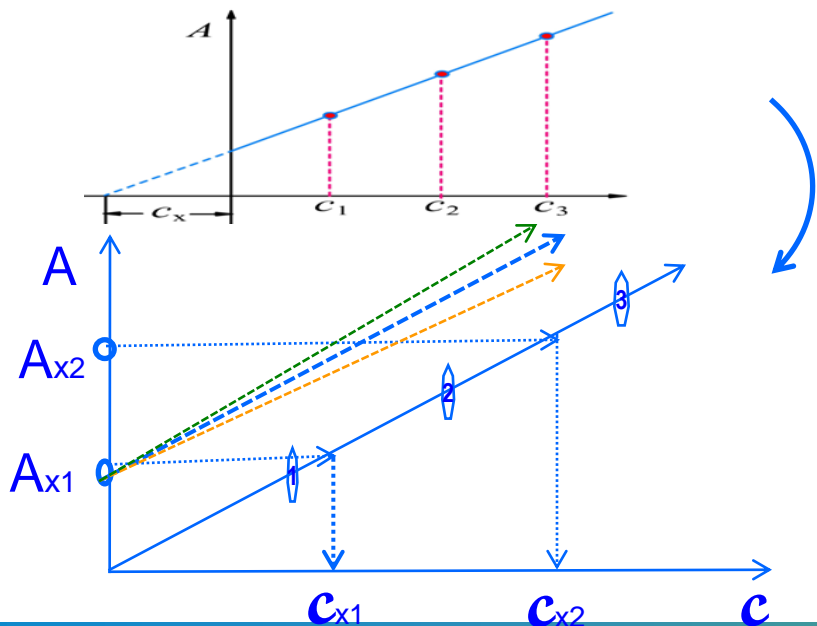
氦气



空气

通空气消除积碳影响

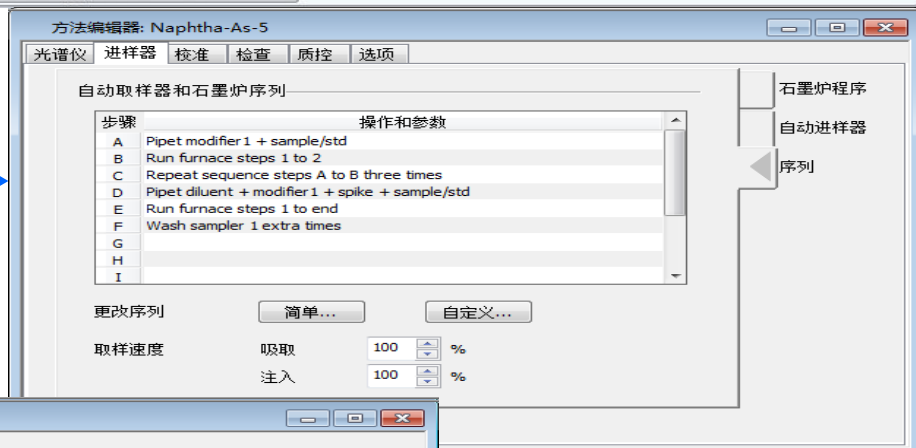
当无法配制组成匹配的标准样品时，使用标准加入法是合适的。由仪器自动分取几份等量的被测试样，其中一份不加入被测元素，其余各份试样中分别加入不同已知量 C_1 、 C_2 、 C_3 …… C_n 的被测元素，然后，在标准测定条件下分别测定它们的吸光度 A ，绘制吸光度 A 对被测元素加入量 C_x 的曲线。



标准加入法——和外标法操作一样



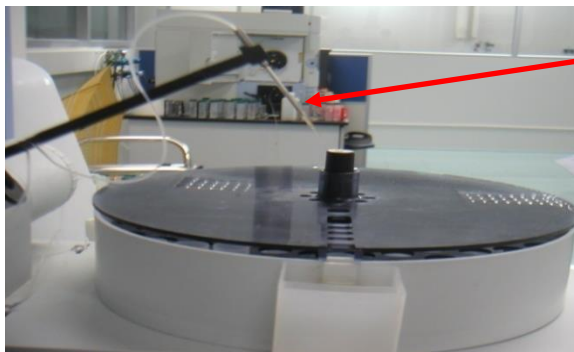
0.05%硝酸钡



石墨炉分析

- 1) 特征质量
- 2) 灵敏度检查
- 3) 基体改进剂配制
- 4) 进样针调节
- 5) 仪器推荐条件
- 6) STPF

- 内容：
- a) 积分吸光度（峰面积测量方式）
 - b) 快速响应检测电路和高速采样频率
 - c) 热解涂层石墨管和L'vov平台
 - d) 最大加热功率
 - e) 背景校正
 - f) 原子化阶段停气
 - g) 用基体改进剂



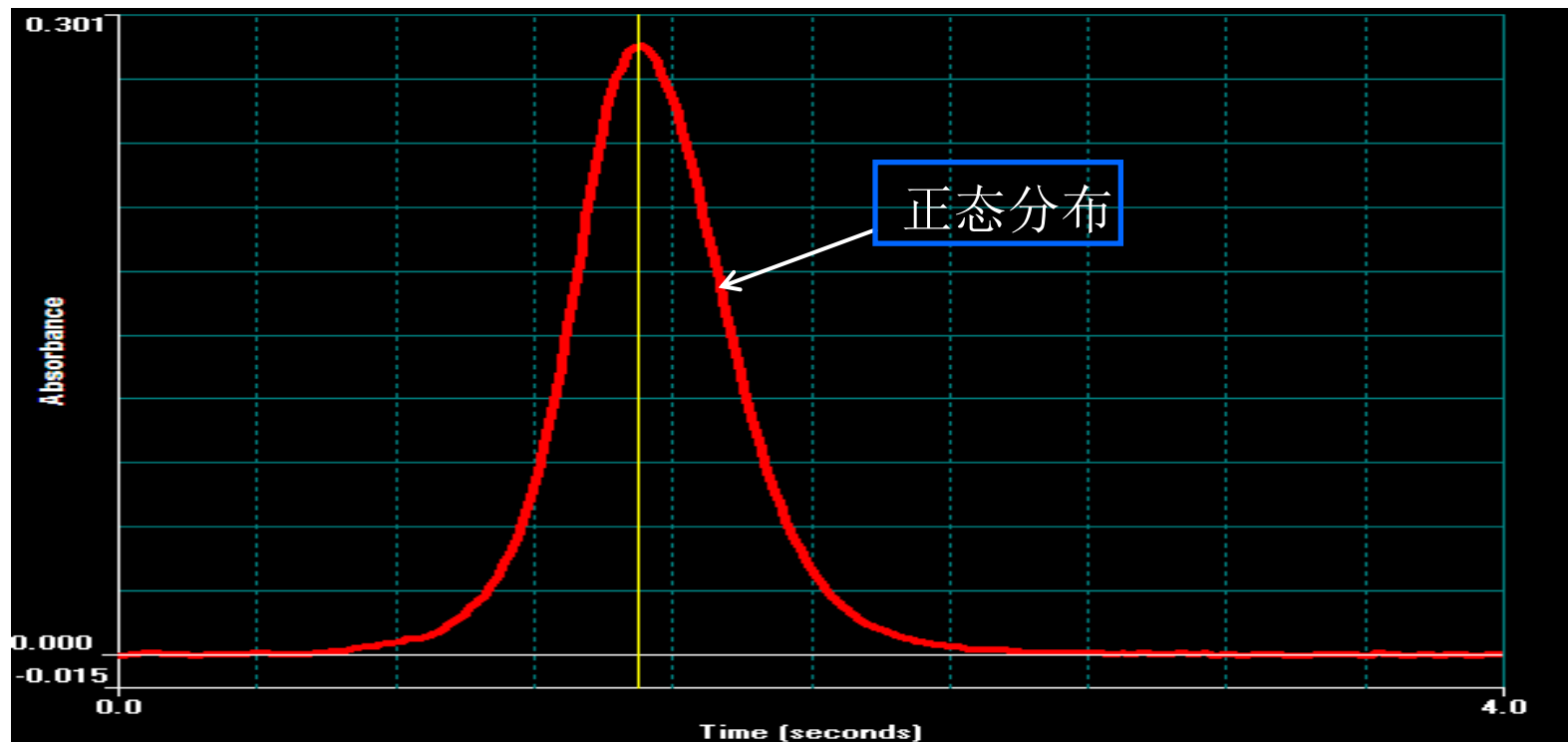
约30°, 斜口
朝外长约0.8cm



斜口尽量与石
墨管内壁相切



进样针在石墨
管8/10等份处



理想的峰型是正态分布，一般在1秒左右出峰最好



1.1 水中铊测试应用

分析物	Tl
波长(nm)	276.79
狭缝(nm)	0.7
灯	EDL
灯电流(mA)	250
样品体积(μL)	40(富集5次)
基体改进剂	0.05% Pd
基体改进剂体积(μL)	5
信号类型	AA-BG
计算方式	峰面积
进样次数	2
读数时间(s)	5
标准系列(μg/L)	0.1,0.2,0.3,0.4,0.5



在线富集5次

自动取样器和石墨炉序列

步骤	操作和参数
A	Pipet diluent + sample/std
B	Run furnace steps 1 to 2
C	Pipet diluent + sample/std
D	Run furnace steps 1 to 2
E	Pipet diluent + sample/std
F	Run furnace steps 1 to 2
G	Pipet diluent + sample/std
H	Run furnace steps 1 to 2
I	Pipet diluent + modifier 1 + spike + sample/std

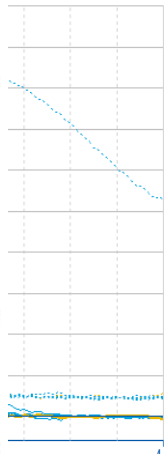
更改序列

取样速度 摄取 100 % 注入 100 %

石墨炉程序
自动进样器
序列

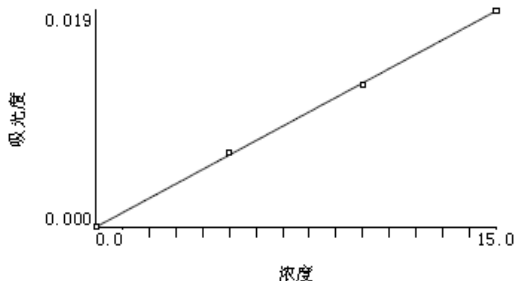
分析物	Tl	
重复次数	1(abs)	2(abs)
0.1(µg/L)	0.0067	0.0065
0.2(µg/L)	0.0122	0.0122
0.3(µg/L)	0.0184	0.0188
0.4(µg/L)	0.0247	0.0250
0.5(µg/L)	0.0309	0.0306
QC 0.1µg/L	0.0068	0.0066
	测试值0.104µg/L 回收率104%	
QC 0.5µg/L	0.0309	0.0312
	测试值0.500µg/L 回收率100%	

Sequence No.: 9				Autosampler Location: 3					
Sample ID: 0.1ppb				Date Collected: 7/18/2017 3:17:34 PM					
Analyst:				Data Type: Reprocessed on 8/15/2017 4:21:07 PM					
Logged In Analyst (Original) : pc									
Replicate Data: 0.1ppb				Analyte: Tl 276.79					
Rep#	SampleConc	StdConc	BlkCorr	Peak	Peak	Bkgnd	Bkgnd	Time	Peak
#	ug/L	ug/L	Signal	Area	Height	Area	Height		Stored
1	0.107	0.107	0.0068	0.0062	0.0112	0.0069	0.0035	3:28:11 PM	No
2	0.102	0.102	0.0066	0.0059	0.0113	0.0066	0.0030	3:41:08 PM	No
Mean:	0.104	0.104	0.0067						
SD:	0.0032	0.0032	0.0002						
%RSD:	3.04%	3.04%	2.92						
Sequence No.: 10				Autosampler Location: 4					
Sample ID: 0.5 ppb				Date Collected: 7/18/2017 3:43:28 PM					
Analyst:				Data Type: Reprocessed on 8/15/2017 4:21:07 PM					
Logged In Analyst (Original) : pc									
Replicate Data: 0.5 ppb				Analyte: Tl 276.79					
Rep#	SampleConc	StdConc	BlkCorr	Peak	Peak	Bkgnd	Bkgnd	Time	Peak
#	ug/L	ug/L	Signal	Area	Height	Area	Height		Stored
1	0.497	0.497	0.0309	0.0303	0.0514	0.0069	0.0031	3:54:04 PM	No
2	0.503	0.503	0.0312	0.0306	0.0542	0.0068	0.0034	4:07:01 PM	No
Mean:	0.500	0.500	0.0311						
SD:	0.0039	0.0039	0.0002						
%RSD:	0.79%	0.79%	0.78						



1.2 锂业废水中的铊测试应用

重复测定 #	加入样 3 试样浓度 微克/升	标样浓度 微克/升	空白校正 信号	峰面积	峰高度	背景面积	背景高度	时间	峰存否
1	[15]	[15]	0.0234	0.0235	0.0295	0.8655	0.2989	14:24:15	
2	[15]	[15]	0.0232	0.0233	0.0256	0.8178	0.2849	14:28:18	
均值	[15]	[15]	0.0233						
标准偏差			0.00						
%相对标准偏差			0.00%						
标样号 3 适用	[15]		0.56						
相关系数	0.999922	斜率: 0.00124	截距: 0.00000						

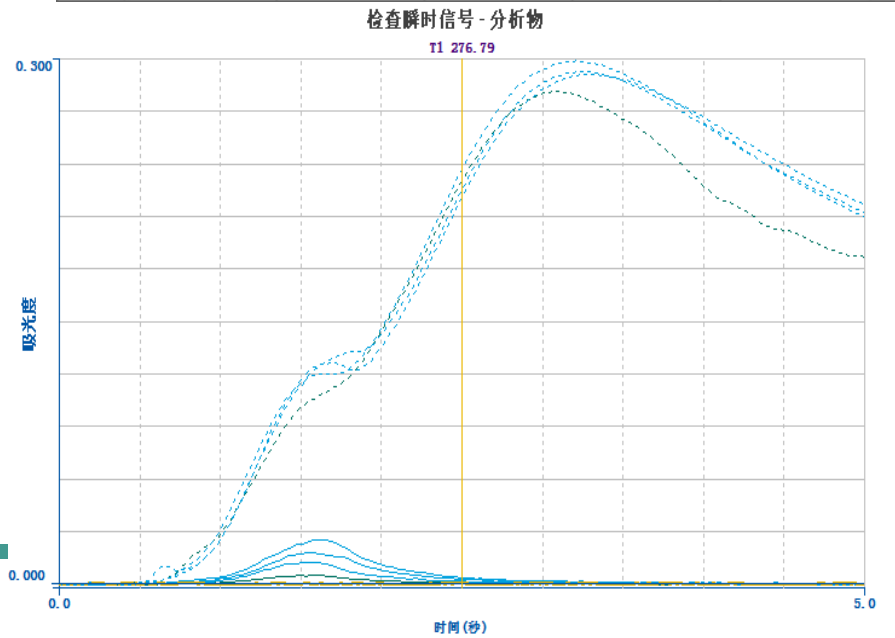


直接分析

试样识别码	: T1	试样浓度	: 3.84 微克/升
标样浓度	: 3.84	试样浓度	: 3.84 微克/升

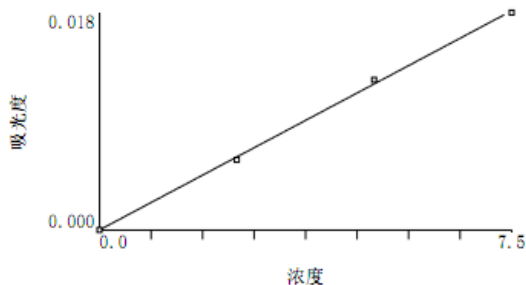
T1 276.79 方程式的校准数据: 标准加入法校准						
识别码	信号均值 (Abs)	输入浓度 微克/升	计算浓度 微克/升	标准偏差	%相对标准偏差	
校准空白 1	0.0000	0	0.00000	0.00	>999.9%	
T1	0.0048	---	---	0.00	3.20	
加入样 1	0.0111	5.0	5.10737	0.00	0.67	
加入样 2	0.0170	10.0	9.91311	0.00	3.51	
加入样 3	0.0233	15.0	15.02084	0.00	0.56	
相关系数	0.999922	斜率: 0.00124	截距: 0.00000			

步骤 #	温度 (摄氏度)	坡升时间 (秒)	持续时间 (秒)	内部流量 (毫升/分钟)	气体类型
1	120	5	30	250	正常
2	140	30	40	250	正常
3	700	20	20	250	正常
->4	1400	0	5	0	正常
5	2450	1	3	250	正常
6					
7					
8					
9					
10					



1.2 锂业废水中的铊测试应用

重复测定数据	: 加入样 3		分析物	: Tl 276.79		峰存储		
重复测定 #	试样浓度 微克/升	试样浓度 微克/升	空白校正 信号	峰面积	峰高度	背景面积	背景高度	
1	[7.5]	[7.5]	0.0262	0.0263	0.0266	0.9460	0.3123	
2	[7.5]	[7.5]	0.0268	0.0269	0.0256	0.9672	0.3214	
均值	:	[7.5]	0.0265				16:27:30	
标准偏差	:	0.000	0.0004				16:34:16	
%相对标准偏差	:	0.00%	1.60					
标样号 3 适用	: [7.5]							
相关系数	: 0.999463		斜率	: 0.00240		截距	: 0.00000	



富集二次分析

试样识别码	: Tl	
标样浓度	: 3.58	微克/升
试样浓度	: 3.58	微克/升

Tl 276.79		方程式的校准数据: 标准加入法校准			
识别码	信号均值 (Abs)	输入浓度 微克/升	计算浓度 微克/升	标准偏差	%相对标准偏差
校准空白 1	0.0000	0	0.00000	0.00	0.00
Tl	0.0086	---	---	0.00	4.31
加入样 1	0.0144	2.5	2.39309	0.00	0.58
加入样 2	0.0210	5.0	5.13628	0.00	1.07
加入样 3	0.0265	7.5	7.44030	0.00	1.60
相关系数	: 0.999463		斜率	: 0.00240	
			截距	: 0.00000	

	ID	浓度	A/S 位置	储备液(μL)	稀释液(μL)
校准空白	校准空白 1		141	20	20
重校斜率标样					
试剂空白					
加入样 1	加入样 1	2.5	125	5	15
加入样 2	加入样 2	5	125	10	10
加入样 3	加入样 3	7.5	125	15	5
加入样 4					

计算标样体积

校准浓度

标样	浓度
重设斜率	
加入样 1	2.5
加入样 2	5
加入样 3	7.5
加入样 4	

储备标样

位置	浓度
<input checked="" type="checkbox"/> 1. 125	10 微克/升
<input type="checkbox"/> 2. 1	微克/升

空白位置

<input checked="" type="checkbox"/> 校准空白	141
<input type="checkbox"/> 试剂空白	

2.1 水中砷测试应用

分析物	As
波长(nm)	193.70
狭缝(nm)	0.7
灯	EDL
灯电流(mA)	380
样品体积(μL)	40(富集6次)
基体改进剂	0.05% Pd
基体改进剂体积(μL)	5
信号类型	AA-BG
计算方式	峰面积
进样次数	2
读数时间(s)	5
标准系列(μg/L)	0.2,0.4,0.6,0.8,1.0
校准方程	线性计算截距



在线富集6次

方法编辑器: 20180423-As

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

自动取样器和石墨炉程序

步骤	操作和参数
A	Pipet diluent + modifier 1 + sample/std
B	Run furnace steps 1 to 2
C	Pipet diluent + sample/std
D	Run furnace steps 1 to 2
E	Pipet diluent + sample/std
F	Run furnace steps 1 to 2
G	Pipet diluent + sample/std
H	Run furnace steps 1 to 2
I	Pipet diluent + sample/std

更改序列 简单... 自定义...

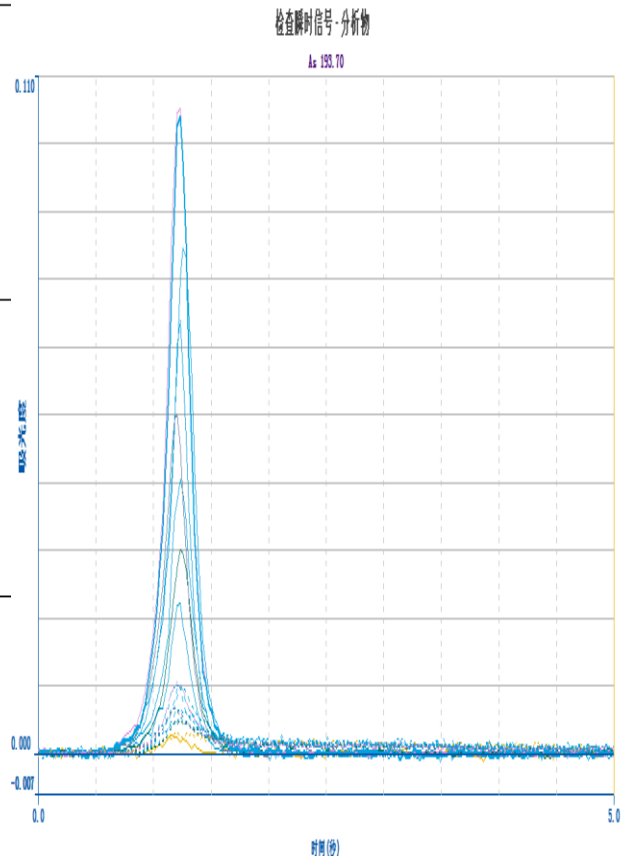
取样速度 吸取 100 %
注入 100 %

石墨炉程序
自动进样器
序列

重复测定数据 : 0.3				分析物		: As 193.70		
重复测定 #	试样浓度 ug/L	标样浓度 ug/L	空白校正 信号	峰 面积	峰 高度	背景 面积	背景 高度	时间
1	0.331	0.331	0.0092	0.0098	0.0332	0.0055	0.0055	16:42:20
2	0.340	0.340	0.0094	0.0100	0.0347	0.0048	0.0052	16:57:18
3	0.282	0.282	0.0079	0.0085	0.0330	0.0057	0.0056	17:12:17
4	0.286	0.286	0.0080	0.0086	0.0321	0.0060	0.0056	17:27:15
5	0.313	0.313	0.0087	0.0093	0.0345	0.0050	0.0057	17:42:13
均值	: 0.310	0.310	0.0086					
标准偏差	: 0.0260	0.0260	0.0007					
%相对标准偏差	: 8.39%	8.39%	7.95					

重复测定数据 : 0.5				分析物		: As 193.70		
重复测定 #	试样浓度 ug/L	标样浓度 ug/L	空白校正 信号	峰 面积	峰 高度	背景 面积	背景 高度	时间
1	0.509	0.509	0.0139	0.0145	0.0573	0.0063	0.0075	17:57:12
2	0.495	0.495	0.0135	0.0141	0.0478	0.0081	0.0069	18:12:10
3	0.545	0.545	0.0148	0.0154	0.0580	0.0062	0.0081	18:27:09
4	0.536	0.536	0.0146	0.0152	0.0586	0.0063	0.0073	18:42:07
5	0.531	0.531	0.0145	0.0151	0.0586	0.0063	0.0074	18:57:05
均值	: 0.523	0.523	0.0143					
标准偏差	: 0.0204	0.0204	0.0005					
%相对标准偏差	: 3.90%	3.90%	3.78					

重复测定数据 : 1				分析物		: As 193.70		
重复测定 #	试样浓度 ug/L	标样浓度 ug/L	空白校正 信号	峰 面积	峰 高度	背景 面积	背景 高度	时间
1	1.053	1.053	0.0283	0.0289	0.1032	0.0077	0.0115	19:12:23
2	1.012	1.012	0.0272	0.0277	0.1040	0.0073	0.0119	19:27:41
3	1.035	1.035	0.0278	0.0284	0.1034	0.0072	0.0110	19:42:58
4	1.079	1.079	0.0289	0.0295	0.1082	0.0066	0.0116	19:58:16
5	1.071	1.071	0.0287	0.0293	0.1091	0.0069	0.0123	20:13:34
均值	: 1.050	1.050	0.0282					
标准偏差	: 0.0274	0.0274	0.0007					
%相对标准偏差	: 2.61%	2.61%	2.57					



2.2 石脑油中砷测试应用

分析物	As
波长(nm)	193.70
狭缝(nm)	0.7
灯	EDL
灯电流(mA)	380
样品体积(μL)	40(富集5次)
基体改进剂	0.05% Pd
基体改进剂体积(μL)	5
信号类型	AA-BG
计算方式	峰面积
进样次数	2
读数时间(s)	5
标准系列(μg/L)	0.25, 0.5, 0.75, 1.0
校准曲线	标准加入法



在线富集5次

方法编辑器: As-naphtha.1

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

自动取样器和石墨炉程序

步骤	操作和参数
A	Pipet diluent + modifier 1 + sample/std
B	Run furnace steps 1 to 2
C	Pipet diluent + sample/std
D	Run furnace steps 1 to 2
E	Repeat sequence steps C to D two times
F	Pipet diluent + modifier 1 + spike + sample/std
G	Run furnace steps 1 to end
H	Wash sampler 1 extra times
I	

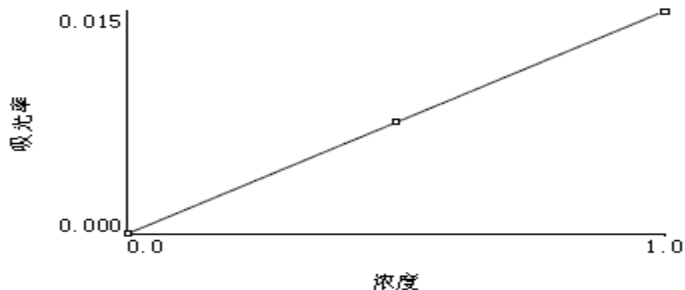
更改序列 简单... 自定义...

取样速度 吸取 100 % 注入 100 %

石墨炉程序
自动进样器
序列

石脑油中砷测试结果

重复测定数据	加入 2	空白校正	峰	峰	背景	背景	时间
重复测定	试样浓度	信号	面积	高度	面积	高度	
#	纳克/克	纳克/克	纳克/克	纳克/克	纳克/克	纳克/克	
1	[1]	0.0175	0.0174	0.0589	0.0715	0.1590	17:53:34
2	[1]	0.0178	0.0177	0.0613	0.0603	0.1411	18:07:07
均值	[1]	0.0177					
标准偏差	0	0.0002					
%相对标准偏差	0	1.20					
标样号 2 适用	[1]						
相关系数: 0.999894	斜率: 0.01550	截距: 0.00000					

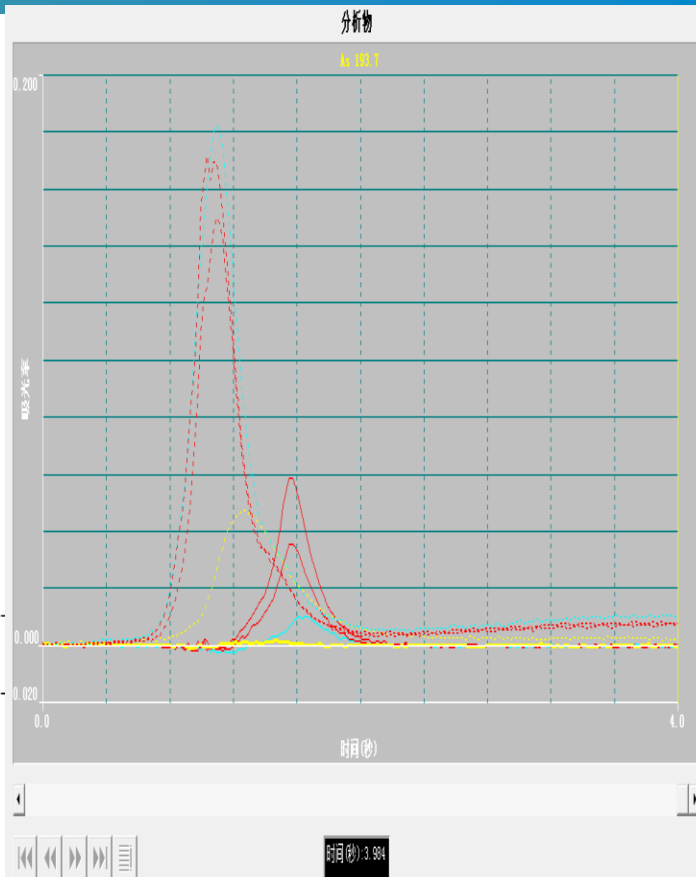


试样识别码	: nap	试样浓度	: 0.141 纳克/克
标样浓度	: 0.141	试样浓度	: 0.141 纳克/克

As 193.7

方程式的校准数据: 标准加入法校准

识别码	信号均值 (Abs)	输入浓度 纳克/克	计算浓度 纳克/克	标准偏差	%相对标准偏差
校准空白 1	0.0000	0	0.000	0.00	187.3
nap	0.0022	---	---	0.00	0.6
加入 1	0.0100	0.5	0.505	0.00	0.9
加入 2	0.0177	1.0	0.998	0.00	1.2
相关系数: 0.999894	斜率: 0.01550	截距: 0.00000			



3. 石脑油中的汞——富集分析

方法编辑器: Naphtha-Hg-5

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

石墨炉程序

读数步骤: 4

注入温度: 20 摄氏度

额外的石墨炉清洗

默认程序

步骤 #	温度 (摄氏度)	坡升时间 (秒)	持续时间 (秒)	内部流量 (毫升/分钟)	气体类型
1	90	5	30	250	正常
2	140	30	30	250	正常
3	250	10	20	250	正常
>4	1300	0	5	0	正常
5	2450	1	3	250	正常
6					
7					
8					
9					
10					

石墨炉程序
自动进样器
序列

方法编辑器: Naphtha-Hg-5

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

自动取样器和石墨炉序列

步骤	操作和参数
A	Pipet modifier 1 + sample/std
B	Run furnace steps 1 to 2
C	Repeat sequence steps A to B three times
D	Pipet diluent + modifier 1 + spike + sample/std
E	Run furnace steps 1 to end
F	Wash sampler 1 extra times
G	
H	
I	

富集5倍

更改序列: 简单... 自定义...

取样速度: 吸取 100% 注入 100%

石墨炉程序
自动进样器
序列

方法编辑器: Naphtha-Hg-5

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

试样

体积: 40 微升 稀释液体体积: 20 微升 稀释液位置: 81

基体改进剂 **进样40uL**

#1 体积: 5 微升 位置: 1

添加到校准空白和标样
 添加到试剂空白和试样

#2 体积: 0 微升 位置: 1

添加到校准空白和标样
 添加到试剂空白和试样

石墨炉程序
自动进样器
序列

3. 石脑油中的汞——富集分析

方法编辑器: Naphtha-Hg-5

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

标样浓度

	ID	浓度	A/S 位置	储备液(μL)	稀释液(μL)
校准空白	Calib Blank 1		141	40	20
重校斜率标样					
试剂空白					
加入样 1	Calib Std 1	2.5	124	5	15
加入样 2	Calib Std 2	5	124	10	10
加入样 3	Calib Std 3	7.5	124	15	5
加入样 4	Calib Std 4	10	124	20	0
加入样 5					
加入样 6					
加入样 7					
加入样 8					

方程式和单位

标样浓度

初始校准

校准检查

重新校准

计算标样体积...

计算标样体积

校准浓度

标样	浓度
重设斜率	
加入样 1	2.5
加入样 2	5
加入样 3	7.5
加入样 4	10

储备标样

	位置	浓度	单位
<input checked="" type="checkbox"/> 1.	2	20	纳克/克
<input type="checkbox"/> 2.	1		纳克/克

空白位置

校准空白 81

试剂空白

确定 取消

试样信息编辑器: 无标题

所有试样共有的参数

批识别码	
体积单位	mL
重量单位	g

文件说明 默认试样信息文件

随试样而不同的参数

追加到分析列表中

样品浓缩5倍

试样编号	自动进样器位置	试样识别码	试样初始重量	制备试样体积	稀释前体积	稀释后体积
1	2	Naphtha-Hg			5	1
2						

* 覆盖方法中的设置。 # 涉及 AAPrep 2 和 FAST Flame 2

方法编辑器: Naphtha-Hg-5

光谱仪 进样器 校准 检查 质控 选项

标样浓度

	ID	浓度	A/S 位置	储备液(μL)	稀释液(μL)
校准空白	Calib Blank 1		141	40	20
重校斜率标样					
试剂空白					
加入样 1	Calib Std 1	0.5	124	5	15
加入样 2	Calib Std 2	1	124	10	10
加入样 3	Calib Std 3	1.5	124	15	5
加入样 4	Calib Std 4	2	124	20	0
加入样 5					
加入样 6					
加入样 7					
加入样 8					

方程式和单位

标样浓度

初始校准

校准检查

重新校准

计算标样体积...

计算标样体积

校准浓度

标样	浓度
重设斜率	
加入样 1	0.5
加入样 2	1
加入样 3	1.5
加入样 4	2

储备标样

	位置	浓度	单位
<input checked="" type="checkbox"/> 1.	124	4	纳克/克
<input type="checkbox"/> 2.	1		纳克/克

标准浓缩5倍

空白位置

校准空白 141

试剂空白

确定 取消

试样信息编辑器: 无标题

所有试样共有的参数

批识别码	
体积单位	mL
重量单位	g

文件说明 默认试样信息文件

随试样而不同的参数

追加到分析列表中

试样编号	自动进样器位置	试样识别码	试样初始重量	制备试样体积	稀释前体积	稀释后体积
1	2	Naphtha-Hg				
2						

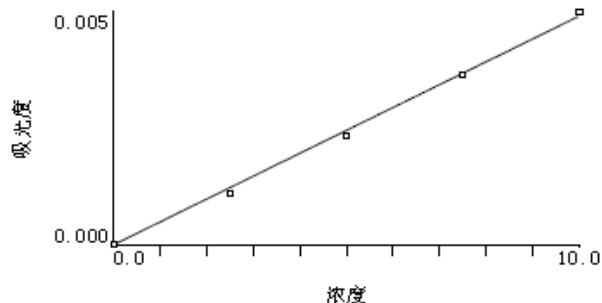
* 覆盖方法中的设置。 # 涉及 APrep 2 和 FAST Flame 2

3. 石脑油中的汞——富集分析

重复测定数据 : Calib Std 4
 重复测定 试样浓度 标样浓度 空白校正 峰 分析物 峰 背景 背景 时间
 # 纳克/克 纳克/克 信号 面积 高度 面积 高度 高度 时间
 1 [10] 0.0061 0.0060 0.0107 0.0188 0.0373 16:13:15
 2 [10] 0.0061 0.0061 0.0113 0.0187 0.0380 16:26:49
 均值 : [10] 0.0061
 标准偏差 : 0.00 0.0000
 %相对标准偏差 : 0.00% 0.63
 标样号 4 适用. [10]
 相关系数: 0.998971 斜率: 0.00052 截距: 0.00000
 校准曲线可能不是线性曲线。

峰存储

步骤 #	温度 (摄氏度)	坡升时间 (秒)	持续时间 (秒)	内部流量 (毫升/分钟)	气体类型
1	90	5	30	250	正常
2	140	30	30	250	正常
3	250	10	20	250	正常
->4	1300	0	5	0	正常
5	2450	1	3	250	正常
6					
7					
8					
9					
10					

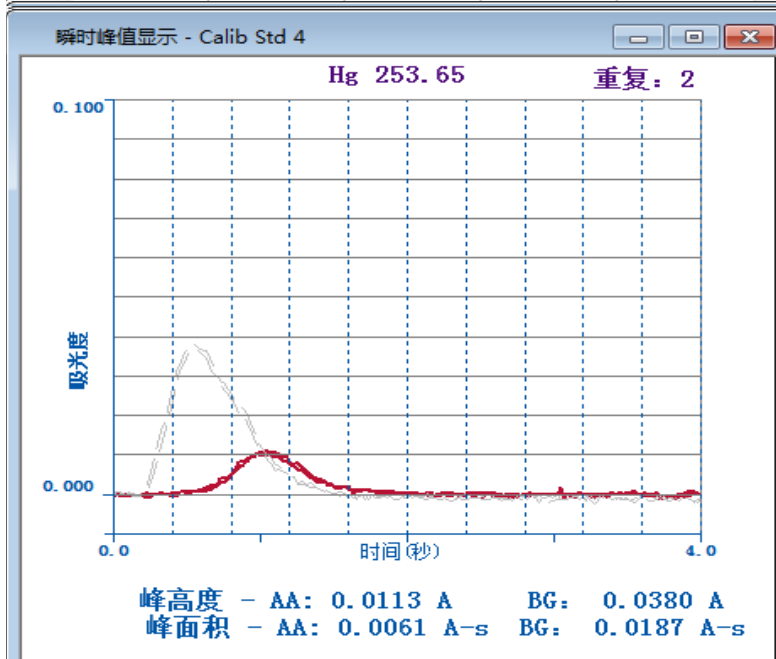


试样识别码 : Naphtha-Hg
 试样浓度 : 1.59 纳克/克 试样浓度 : 0.317 纳克/克

Hg 253.65 方程式的校准数据: 标准加入法校准

识别码	信号均值 (Abs)	输入浓度 纳克/克	计算浓度 纳克/克	标准偏差	%相对标准偏差
Calib Blank 1	0.0000	0	0.000	0.00	0.00
Naphtha-Hg	0.0008	---	---	0.00	7.60
Calib Std 1	0.0020	2.5	2.272	0.00	7.83
Calib Std 2	0.0033	5.0	4.794	0.00	0.31
Calib Std 3	0.0047	7.5	7.457	0.00	1.19
Calib Std 4	0.0061	10.0	10.179	0.00	0.63

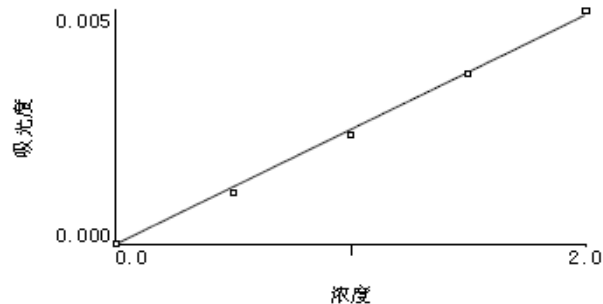
相关系数: 0.998971 斜率: 0.00052 截距: 0.00000



2. 石脑油中的汞——富集分析

重复测定数据	: Calib Std 4		分析物	: Hg 253.65		峰	背景	背景	时间	峰	峰
重复测定 #	试样浓度 纳克/克	标样浓度 纳克/克	空白校正 信号	峰面积	峰高度	峰面积	峰面积	峰高度	时间	峰面积	峰高度
1	[2]	[2]	0.0061	0.0060	0.0107	0.0188	0.0373	0.0373	16:13:15	0.0061	0.0188
2	[2]	[2]	0.0061	0.0061	0.0113	0.0187	0.0380	0.0380	16:26:49	0.0061	0.0187
均值	[2]	[2]	0.0061								
标准偏差			0.00								
%相对标准偏差			0.00%								
标样号 4 适用 [2]											
相关系数: 0.998971	斜率: 0.00259	截距: 0.00000									

校准曲线可能不是线性曲线。

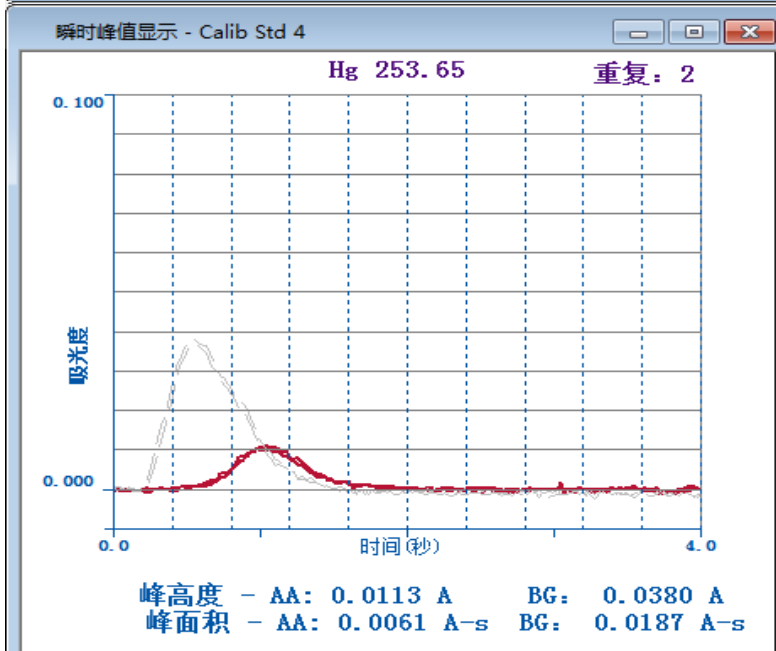


试样识别码	: Naphtha-Hg	纳克/克	试样浓度	: 0.317 纳克/克
标样浓度	: 0.317	纳克/克		

识别码	信号均值 (Abs)	输入浓度 纳克/克	计算浓度 纳克/克	标准偏差	%相对标准偏差
Calib Blank 1	0.0000	0	0.000	0.00	0.00
Naphtha-Hg	0.0008	---	---	0.00	7.60
Calib Std 1	0.0020	0.5	0.454	0.00	7.83
Calib Std 2	0.0033	1.0	0.959	0.00	0.31
Calib Std 3	0.0047	1.5	1.491	0.00	1.19
Calib Std 4	0.0061	2.0	2.036	0.00	0.63

相关系数: 0.998971 斜率: 0.00259 截距: 0.00000

步骤 #	温度 (摄氏度)	坡升时间 (秒)	持续时间 (秒)	内部流量 (毫升/分钟)	气体类型
1	90	5	30	250	正常
2	140	30	30	250	正常
3	250	10	20	250	正常
->4	1300	0	5	0	正常
5	2450	1	3	250	正常
6					
7					
8					
9					
10					



1.4] With the exception of silver, where this method is approved for the determination of certain metal and metalloid contaminants in drinking water, samples may be analyzed by direct injection into the furnace without acid digestion if the sample has been properly preserved with acid, has turbidity of <1 NTU at the time of analysis, and is analyzed using the appropriate method matrix modifiers. This total recoverable determination procedure is referred to as "direct analysis". However, in the determination of some primary drinking water metal contaminants, such as arsenic and thallium pre-concentration of the sample may be required prior to analysis in order to meet drinking water acceptance performance criteria (Section 10.5).

10.5 In order to meet or achieve lower MDLs than those listed in Table 2 for "direct analysis" of drinking water with turbidity <1 NTU pre-concentration of the analyte is required. This may be accomplished prior to sample introduction into the GFAA or with the use of multiple aliquot depositions on the GFAA platform or associated delayed atomization device. When using multiple depositions, the same number of equal volume aliquots alike of either the calibration standards or acid preserved samples must be deposited prior to atomization. Following each deposition the drying cycle is completed before the next subsequent deposition. The matrix modifier is added along with each deposition and the total volume of each deposition must not exceed the instrument manufacturer's recommended capacity of the delayed atomization device. To reduce analysis time the minimum number of depositions required to achieve the desired analytical result should be used. Use of this procedural technique for the "direct analysis" of drinking water must be completed using determined optimized instrument operating conditions for multiple depositions (Section 10.2) and comply with the method requirements described in Sections 10.3 and 10.4. (See Table 3 for information and data on the determination of arsenic by this procedure.)

Thallium: The HCl present from the digestion procedure can influence the sensitivity for Tl. Twenty μL of a 1% HCl solution with Pd used as a modifier results in a 90% loss in sensitivity relative to the analyte in a 1% HNO_3 solution. The use of Pd/Mg/ H_2 as a matrix modifier reduces this suppression to less than 10%.²

为满足法规的要求，铊可采用多次在线富集法进样

进样要求:

- 标准与样品按照相同方式进样
- 由仪器在线加入基改
- 在满足分析结果的前提下尽量使用最少进样次数

盐酸对铊测定有严重负干扰，需使用Pd/Mg作为基体改进剂来消除其带来的影响

通过以上实验， 我们可以看到：

可以通过直接进样或在线富集法进样，注入到石墨管内，通过石墨炉中干燥、灰化和原子化等步骤，达到消化、分离、最终获得分析结果。

优点：无需前处理，简单、方便，适合超痕量样品中的铊、砷、汞等元素检测。



谢谢!