

## 锂电池重金属检测方案解析



### 作者

应用工程师

上海美析仪器有限公司

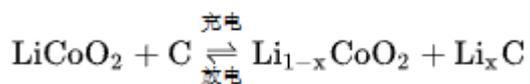
### 摘要

锂系电池分为锂电池和锂离子电池。锂离子电池广泛应用于汽车、手机和笔记本电脑等设备，通常人们俗称其为锂电池。电池一般采用含有锂元素的材料作为电极，是现代高性能电池的代表。而真正的锂电池由于危险性大，很少应用于日常电子产品。目前，使用越来越多，发展更快的是锂离子电池。成为大多数电子产品和动力电池的关键能源供给装置。锂离子电池重量轻，锂离子电池不含有金属态的锂，是可以充电的，能量密度大，循环使用寿命长，且不会对环境造成污染。在锂离子电池正极材料合成的产业化进程中，对高含量的锂进行快速、准确的控制分析和样品系统分析具有重要意义。锂离子电池由日本索尼公司于1990年最先开发成功。它是把锂离子嵌入碳（石油焦炭和石墨）中形成负极（传统锂电池用锂或锂合金作负极）。正极材料常用  $\text{Li}_x\text{CoO}_2$ ，也用  $\text{Li}_x\text{NiO}_2$  和  $\text{Li}_x\text{MnO}_4$ ，电解液用  $\text{LiPF}_6$ +二乙烯碳酸酯（EC）+二甲基碳酸酯（DMC）。

石油焦炭和石墨作负极材料无毒，且资源充足，锂离子嵌入碳中，克服了锂的高活性，解决了传统锂电池存在的安全问题，正极  $\text{Li}_x\text{CoO}_2$  在充、放电

性能和寿命上均能达到较高水平，使成本降低，总之锂离子电池的综合性能提高了。预计 21 世纪锂离子电池将会占有很大的市场。

锂离子二次电池充、放电时的反应式为：



## 发展过程

1970 年，埃克森的 M.S. Whittingham 采用硫化钛作为正极材料，金属锂作为负极材料，制成首个锂电池。锂电池的正极材料是二氧化锰或氯化亚砷，负极是锂。电池组装完成后电池即有电压，不需充电。锂离子电池（Li-ion Batteries）是锂电池发展而来。举例来讲，以前照相机里用的扣式电池就属于锂电池。这种电池也可以充电，但循环性能不好，在充放电循环过程中容易形成锂结晶，造成电池内部短路，所以一般情况下这种电池是禁止充电的。

1982 年伊利诺伊理工大学（the Illinois Institute of Technology）的 R.R. Agarwal 和 J.R. Selman 发现锂离子具有嵌入石墨的特性，此过程是快速的，并且可逆。与此同时，采用金属锂制成的锂电池，其安全隐患备受关注，因此人们尝试利用锂离子嵌入石墨的特性制作充电电池。首个可用的锂离子石墨电极由贝尔实验室试制成功。

1983 年 M. Thackeray、J. Goodenough 等人发现锰尖晶石是优良的正极材料，具有低价、稳定和优良的导电、导锂性能。其分解温度高，且氧化性远低于钴酸锂，即使出现短路、过充电，也能够避免了燃烧、爆炸的危险。1989 年，A. Manthiram 和 J. Goodenough 发现采用聚合阴离子的正极将产生更高的电压。

1992 年，日本索尼公司发明了以炭材料为负极，以含锂的化合物作正极的锂电池，在充放电过程中，没有金属锂存在，只有锂离子，这就是锂离子电池。随后，锂离子

子电池革新了消费电子产品的面貌。此类以钴酸锂作为正极材料的电池，是便携电子器件的主要电源。

1996 年，Padhi 和 Goodenough 发现具有橄榄石结构的磷酸盐，如磷酸铁锂（LiFePO<sub>4</sub>），比传统的正极材料更具安全性，尤其耐高温，耐过充电性能远超过传统锂离子电池材料。

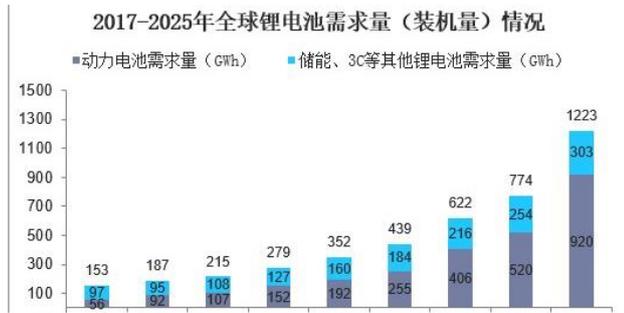
纵观电池发展的历史，可以看出当前世界电池工业发展的三个特点，一是绿色环保电池迅猛发展，包括锂离子蓄电池、氢镍电池等；二是一次电池向蓄电池转化，这符合可持续发展战略；三是电池进一步向小、轻、薄方向发展。在商品化的可充电池中，锂离子电池的比能量最高，特别是聚合物锂离子电池，可以实现可充电池的薄形化。正因为锂离子电池的体积比能量和质量比能量高，可充且无污染，具备当前电池工业发展的三大特点，因此在发达国家中有较快的增长。电信、信息市场的发展，特别是移动电话和笔记本电脑的大量使用，给锂离子电池

带来了市场机遇。而锂离子电池中的聚合物锂离子电池以其在安全性的独特优势，将逐步取代液体电解质锂离子电池，而成为锂离子电池的主流。聚合物锂离子电池被誉为“21 世纪的电池”，将开辟蓄电池的新时代，发展前景十分乐观。

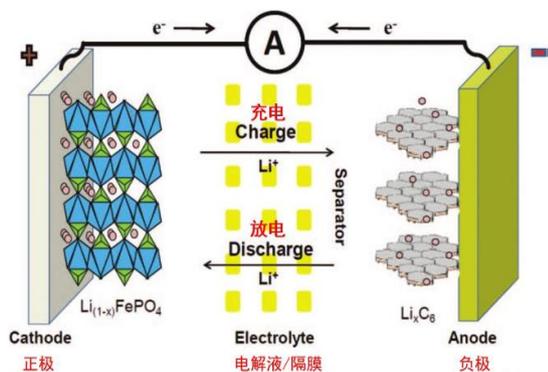
2015 年 3 月，日本夏普与京都大学的田中功教授联手成功研发出了使用寿命可达 70 年之久的锂离子电池。此次试制出的长寿锂离子电池，体积为 8 立方厘米，充放电次数可达 2.5 万次。并且夏普方面表示，此长寿锂离子电池实际充放电 1 万次之后，其性能依旧稳定。

2019 年 10 月 9 日，瑞典皇家科学院宣布，将 2019 年诺贝尔化学奖授予约翰·古迪纳夫、斯坦利·惠廷厄姆和吉野彰，以表彰他们在锂离子电池研发领域作出的贡献。

2022 年二季度，锂离子电池、电子元器件、集成电路等小类行业增加值增速均在 20% 以上。



## 产品优点



### 电压高

单体电池的工作电压高达 3.7-3.8V (磷酸铁锂的是 3.2V)，是 Ni-Cd、Ni-MH 电池的 3 倍。

### 比能量大

能达到的实际比能量为 555Wh/kg 左右，即材料能达到 150mAh/g 以上的比容量 (3-4 倍于 Ni-Cd, 2-3 倍于 Ni-MH)，已接近于其理论值的约 88%。

### 循环寿命长

一般均可达到 500 次以上，甚至 1000 次以上，磷酸铁锂的可以达到 8000 次。对于小电流放电的电器, 电池的使用期限，将倍增电器的竞争力。

### 安全性能好

无公害，无记忆效应。作为 Li-ion 前身的锂电池，因金属锂易形成枝晶发生短路，缩减了其应用领域；Li-ion 中不含镉、铅、汞等对环境有污染的元素；部分工艺（如烧结式）的 Ni-Cd 电池存在的一大弊病为“记忆效应”，严重束缚电池的使用，但 Li-ion 根本不存在这方面的问题。

### 自放电小

室温下充满电的 Li-ion 储存 1 个月后的自放电率为 2% 左右，大大低于 Ni-Cd 的 25-30%，Ni-MH 的 30-35%。

### 快速充电

1C 充电 30 分钟容量可以达到标称容量的 80% 以上，磷酸铁电池可以达到 10 分钟充电到标称容量的 90%。

### 工作温度

工作温度为 -25~45°C，随着电解液和正极的改进，期望能扩宽到 -40~70°C。

## 电池缺点

### 衰老

与其它充电电池不同，锂离子电池的容量会缓慢衰退，与使用次数有关，也与温度有关。这种衰退的现象可以用容量减小表示，也可以用内阻升高表示。

因为与温度有关，所以在工作电流高的电子产品更容易体现。用钛酸锂取代石墨似乎可以延长寿命。 储存温度与容量永久损失速度的关系：

充电电量	储存温度 0°C	储存温度 25°C	储存温度 40°C	储存温度 60°C
40% ~ 60%	2%/年	4%/年	15%/年	25%/年
100%	6%/年	20%/年	35%/年	80%/6 月

## 回收率

大约有 1% 的出厂新品因种种原因需要回收。

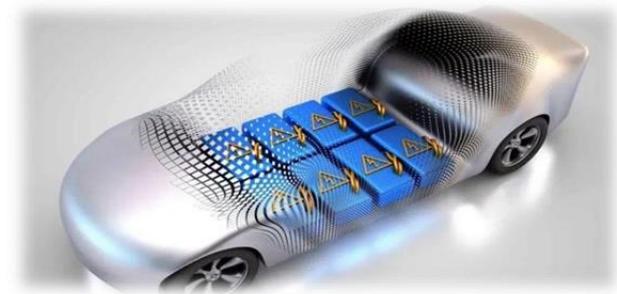
## 不耐受过充

过充电时，过量嵌入的锂离子会永久固定于晶格中，无法再释放，可导致电池寿命短。

## 不耐受过放

过放电时，电极脱嵌过多锂离子，可导致晶格坍塌，从而缩短寿命。

## 政策标准



随着锂电行业的发展，我国首部锂离子电池强制标准于 2015 年 8 月 1 号正式实施。

为加强锂离子电池行业管理，提高行业发展水平，引导产业转型升级和结构调整，推动锂离子电池产业持续健

康发展，2015 年 12 月 11 日，工信部发布了《锂离子电池行业规范条件》征求意见稿，明确了锂离子电池企业和产品的准入规则。

在锂离子电池产业供应链的上中游，原材料和产品的质量控制需要仪器分析方法来确定正负极材料、电解液等原材料的纯度。

锂离子电池的化学性质至关重要，因此，准确可靠地分析此类样品对于确保最终产品质量符合要求来说至关重要。这需要工作的硬件和软件功能的良好协调与平衡。该行业中对于产品质量要求也是相当严格的，微量锂的测定常采用原子吸收光谱法。对于高含量的锂，一般采用化学方法。相对而言，化学方法操作繁琐和费时，不适合产业化中的批量分析。原子吸收法具有干扰少、简便、快速等优点，在低含量元素测定尚应用较广泛，高含量测定报道相对较少。本研究采用原子吸收法对高含量的锂进行控制分析和样品系统分析的研究具有实际意义。

该行业所需检测项目繁多，包括包装、运输、存放、抗压、抗暴、耐热、充、放电、以及正、负极原材料纯度的测试等等。

所需设备，除实验室常规设备外所需仪器：

检测项目	所需仪器	对应标准	备注
石墨类负极材料	激光粒度仪	GB/T 24533-2016	
炭复合磷酸铁锂正极材料	ICP-6800	GB/T 30835-2014	
聚烯烃隔膜	鼓风式恒温箱	GB/T 36363-2018	
废弃物回收利用的处理方法	破碎分选装置、热解炉、搅拌机、压滤机 废气、废水处理装置、废渣收集设备 电位滴定仪、分光光度计 UV-1500PC ICP-6800、原子吸收光谱仪 AA-1800H 原子荧光光谱仪 AFS-6801	GB/T 33059-2016	
正极材料检测方法磁性异物和残余碱含量的测定	球磨机、ICP-6800 原子吸收光谱仪 AA-1800H 磁环套、扫描电镜-能谱仪、真空过滤装置 磁力搅拌器、电位滴定仪	GB/T 41704-2022	

铝及铝合金箔	原子吸收光谱仪 AA-1800H 分光光度计 UV-1500PC、热导测氢仪 高纯度石墨坩埚、碳硫分析仪	GB/T 33143-2022	中所要求的 GB/T 17432
压延铜箔	原子吸收光谱仪 AA-1800H、电热恒温干燥箱 符合要求的电解器、分光光度计 UV-1500PC	GB/T 36146-2018	中所要求的 GB/T 5121

本方案只针对原材料纯度检测 Pb、Cd、Cr 以及主要元素 Li，本方案采用原子吸收火焰法、原子荧光法进行测试，原子吸收火焰法测试主要元素 Li 时需要调整燃烧头偏转角度后，对高含量锂的测定进行了系统研究，考察了测定介质、酸度、吸光度、灯电流等的影响及共存元素干扰情况，对在空气-乙炔火焰中测定锂离子电池正极材料锰酸锂中高含量锂的原子吸收方法测量的多种影响因素进行了研究。

原子荧光法根据实验环境，调整仪器设置，达到下列标准要求即可。

规范引用参考标准：GB/T 39560.5-2021、GB/T 17413.1-2010。

## 前处理

### 1 试剂

使用以下试剂：

a) 水：ISO 3696,一级水。用于所有样品溶液的制备和稀释。

b) 硫酸：

1) 硫酸:p(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)=1.84 g/mL,质量分数为 95%,痕量金属级。

注：痕量金属级是指试剂的目标元素或干扰物的浓度与被测定元素的最低浓度相比低至可被忽略。换言之，试剂的目标元素或干扰物的浓度不影响实际检测。机构需谨慎选择与之对应的试剂等级。

下同。

2) 硫酸(1 : 2): 取 1 体积的浓硫酸 [1 b)1)] 和 2 体积的水 [1 a)] 混合。

C) 硝酸：

1) 硝酸:p(HNO<sub>3</sub>)=1.40 g/mL,质量分数为 65%,痕量金属级。

2) 硝酸：质量分数为 10%,痕量金属级。

3) 硝酸：0.5 mol/L,痕量金属级。

4) 硝酸(1 : 2): 取 1 体积的浓硝酸 [1 c) 1)] 和 2 体积的水 [1 a)] 混合。

d) 盐酸：

1) 盐酸 p(HCl)= 1.19 g/mL,质量分数为 37%,痕量金属级。

2) 盐酸(1 : 2): 取 1 体积的浓盐酸 [1 d)1)] 和 2 体积的水 [1 a)] 混合。

3) 盐酸：质量分数为 5%,痕量金属级。

4) 盐酸：质量分数为 10%,痕量金属级。

e) 氢氟酸:p(HF)=1.18 g/mL,质量分数为 40%,痕量金属级。

f) 氟硼酸：HBF<sub>4</sub>，质量分数为 50%,痕量金属级。

g) 高氯酸:p(HClO<sub>4</sub>)= 1.67 g/mL,质量分数为 70%,痕量金属级。

h) 磷酸:p(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)= 1.69 g/mL,质量分数超过 85% ,痕量金属级。

i) 氢溴酸:p(HBr)=1.48 g/mL,质量分数为 47%~49%,痕量金属级。

j) 硼酸(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>): 50 mg/mL,质量分数为 5%,痕量金属级。

k) 过氧化氢:p(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)=1.10 g/mL,质量分数为 30%,痕量金属级。

l) 混合酸:

1) 混合酸 1: 取 2 体积盐酸 [1 d)1])、1 体积硝酸 [1 c)1]) 和 2 体积水 [1 a)] 混合。

2) 混合酸 2: 取 1 体积硝酸 [1 c)1]) 和 3 体积氢氟酸 [1 e)] 混合。

3) 混合酸 3: 取 3 体积盐酸 [1 d)1]) 和 1 体积硝酸 [1 c)1]) 混合。

m) 氢氧化钾(KOH): 痕量金属级。

n) 硼氢化钾(KBH<sub>4</sub>): 痕量金属级。

o) 铁氰化钾 {K<sub>3</sub> [Fe(CN)<sub>6</sub>] } : 痕量金属级。

p) 氧化还原剂: 将质量分数为 1.5% 的硼氢化钾和质量分数为 1%的铁氰化钾加到质量分数为 0.2%氢氧化钾水溶液中。加入约 800 mL 水 [1 a)] 至 1 000 mL 容量瓶,然后加入 2 g 氢氧化钾 [1 m)]、15 g 硼氢化钾 [1 n)]、10g 铁氰化钾 [1 o)] 至容量瓶, 搅拌溶解,加水定容 [1 a)]。 当天配制。

q) 还原剂:

1) 还原剂 1: 将质量分数为 3%的硼氢化钾加到质量分数为 0.2%的氢氧化钾水溶液中: 加入约 800mL 水 [1 a)] 至 1 000 011 容量瓶,然后加入 2 g 氢氧化钾 [1 m)]、30 g 硼氢化钾 [1 n)] 至容量瓶, 搅拌溶解 , 加水定容 [1 a)]。当天配制。

2) 还原剂 2: 将质量分数 4%的硼氢化钾加到质量分数 0.8%的氢氧化钾水溶液中: 加入约 800 mL 水 [1 a)] 至 1 000 mL 容量瓶,然后加入 8 g 氢氧化钾 [1 m)]、40 克硼氢化钾 [1 n)] 至容量瓶, 搅拌溶解 , 加水定容 [1 a)], 当天配制。

r) 载流:

1) 载流 1: 质量分数为 1.5% 的 HCl 溶液。

2) 载流 2: 质量分数为 1% 的 HCl 溶液。

s) 硫脲 [(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CS] 溶液: 质量分数为 10%。当天配制。

t) 掩蔽剂:

1) 掩蔽剂 1: 质量分数分别为 5%的草酸、5%的硫氰酸钾和 0.5%的邻菲咯啉的水溶液。加入 10 g 草酸、10 g 硫氰酸钾和 1 g 邻菲咯啉到 200 mL 水中 [1 a)] .在低温下加热搅拌溶解, 注意避免溶液沸腾。在固体结晶析出之前溶液可正常使用。当溶液颜色变深时需弃用, 应配制新的溶液。

2) 掩蔽剂 2: 质量分数分别为 10%的硫脲、10%的抗坏血酸的水溶液。在 100 mL 水中溶解 10 g 硫脲和 10 g 抗坏血酸。当天配制。

u) 钴溶液: 50mg/L。

v) 储备溶液:

1) 1 000 mg/L 的 Pb 储备溶液。

2) 1 000 mg/L 的 Cd 储备溶液。

3) 1 000 mg/L 的 Cr 储备溶液。

4) 10 000 mg/L 的 Fe 储备溶液。

5) 10 000 mg/L 的 Cu 储备溶液。

本方法中每种试剂的毒性尚未被准确评估, 然而, 每一种化合物都应视为对健康有潜在危害。为此, 宜采用任何适当的方法尽可能减少上述试剂的暴露。

样品前处理方法涉及使用强酸, 强酸具有腐蚀性, 可引起烧伤。在处理这些强酸时应穿戴实验室防护服、手套和护目镜。

硝酸具有毒挥发性。因此消解和向样品中添加酸的操作均应在通风橱中进行, 以避免有毒气体释放的危害。

等离子体产生的废气应用有效的抽风系统排出。

使用氢氟酸时应采取特别的预防措施。如氢氟酸烧伤皮肤应用氢氟酸解毒胶(含 2.5%葡萄糖酸钙的水溶胶)进行急救处理。

本方案为 AAS、AFS 测试方案,至少使用分析纯试剂。

## 2 仪器

### 2.1 概述:

玻璃器皿的收集和存放是微量分析的关键。由于 Pb、Cd 和 Cr 分析技术的灵敏度高,每一个样品处理步骤都要谨慎进行。所有的取样、储存和操作器具都应不含待测物。在 10%硝酸 [1 c) 2)] 中浸泡所有玻璃器皿,室温下保持 24 h,然后用水 [1 a)] 进行彻底冲洗。

### 2.2 仪器

应使用下列设备:

- a) 分析天平:精确至 0.0001 g。
- b) 耐 HF 进样系统:对进样系统部件和炬管进行耐 HF 处理。
- c) 氩气:纯度超过 99.99%的气体。
- d) 乙炔气:纯度超过 99.99%的气体。
- e) 玻璃器皿:所有玻璃器皿在使用前应用 10%硝酸 [1 c) 2)] 清洗:
  - 1) 长颈烧瓶 100 mL;
  - 2) 烧杯:如 100 mL、200 mL、500 mL 等;
  - 3) 容量瓶:如 50 mL、100 mL、200 mL、500 mL、1 000 mL 等,在满足精确度和准确度的要求下,可选择其他适当的定容装置代替容量瓶;
  - 4) 移液管:如 1 mL、5 mL、10 mL、20 mL 等;
  - 5) 表面皿。
  - f) 铂金坩埚:如 50 mL、150 mL 等。
  - g) 瓷片:如 50 mL、150 mL 等。

h) PTFE/PFA 设备(聚四氟乙烯 (PTFE) /全氟烷氧基烷煌树脂 (PFA)):所有设备在使用前应用 10%硝酸 [1 c) 2)] 进行清洗:

- 1) 烧杯如 100 mL、200 mL、500 mL 等;
- 2) 烧杯盖:
- 3) 容量瓶:如 100 mL 瓶 00 mL、500 mL 等。
- i) 微型移液管:如 10  $\mu$ L、100  $\mu$ L、200  $\mu$ L、500  $\mu$ L、1 000  $\mu$ L 等。
- j) 试剂瓶:用于储备溶液和校准溶液的储存。  
试剂瓶由高密度聚乙烯 (PE-HD) 或全氟烷氧基树脂 (PFA) 制成。
- k) 超痕量测试时,应使用全氟烷氧基树脂 (PFA) 或全氟(乙烯丙烯)塑料 (FEP) 制成的试剂瓶。在任何一种情况下,实验操作人员应确认所选择试剂瓶的适用性。
- l) 电热板或砂浴锅。
- m) 马弗炉:可保持在 550°C  $\pm$  25°C。
- n) 本生燃烧器或类似的气体燃烧器。
- o) 王水消解装置:消解装置配有时间温度微控单元、恒温加热块、系列容器,每组都配有回流冷凝器和吸收器皿的装置。
- p) 微波消解系统:配有样品架和耐高压聚四氟乙烯/改性四氟乙烯 (PTFE/TFM) 或全氟烷氧基树脂/改性四氟乙烯 (PFA/TFM) 或基于氟碳材料的其他消解罐。  
针对各个实验室使用的不同型号的微波设备,有许多安全操作规范。使用者需要查阅专门的设备手册、文献或咨询制造厂商,以便安全正确操作微波设备和消解罐。
- q) 耐热保温板。
- r) 孔径为 0.45  $\mu$ m 的玻璃微纤维过滤器(硼硅酸盐玻璃)和一个合适的过滤杯。
- s) 原子吸收光谱仪 (AAS)。
- t) 原子荧光光谱仪 (AFS)。

## 3 试剂

### 3.1 聚合物

使用湿法酸消解法时,称取 400 mg 已经经过研磨、碾磨或切削好的样品,精确到 0.1 mg。使用干灰化法或微波消解法时,称取 200 mg 已经经过研磨、碾磨或切削好的样品,精确到 0.1 mg。

### 3.2 金属

称取约 1 g 样品,精确到 0.1 mg,放置在玻璃烧杯中,如使用 HF [1 e)] 则需使用 PTFE/PFA 烧杯。使用 AFS 法,所需样品量为 0.2 g。

### 3.3 电子件

使用王水消解时,称取 2 g 经研磨的样品(最大粒径: 250 μm),精确至 0.1 mg。使用微波消解法时,称取 200 mg 经研磨的样品(最大粒径: 250 μm),精确至 0.1 mg。

## 4. 分析步骤

### 4.1 聚合物

#### 4.1.1 干灰化法

如果样品不含卤素化合物(可从先前的筛选测试获得信息)则应执行以下步骤:

- a) 称取样品放入瓷坩埚 [2.2 g)] 中,并置于耐热隔热板 [2.2 q)] 的孔上。
- b) 用燃烧器 [2.2 n)] 慢慢加热瓷坩埚 [2.2 g)] 保持适当通风,避免点燃样品。
- c) 当样品被分解为焦炭状,逐渐加热升温直到挥发性分解产物充分排出,剩下干碳质残渣。
- d) 将瓷坩埚及内容物转移到 550 °C±25 °C 的马弗炉 [2.2 m)] ,炉门轻微打开以提供足够的空气氧化碳质残渣。
- e) 继续加热直到碳质残渣完全氧化成灰烬。
- f) 从马弗炉中 [2.2 m)] 取出瓷坩埚 [2.2 g)] ,冷却至室温。如使用 AFS 法测试,参见 4.1.1 h)的操作。
- g) 加入 5 mL 硝酸 [1 c)1)] ,将溶液转移到 50 mL 容量瓶 [2.2 h)3)] 中,并加水 [1 a)] 定容,得到样品的

浓缩液。根据不同仪器情况,可用水 [1 a)] 稀释上述溶液到适当浓度进行测定。

h) 将所得溶液转移到 100 mL 容量瓶 [2.2 h)3)] ,并加水 [1 a)] 定容。取 2.5 mL 溶液至 100 mL 烧杯 [2.2 e)2)] 中。将烧杯放在电热板上 [2.2 1)] ,低温下加热直到溶液完全干燥。用少许水 [1 a)] 冲洗烧杯的内壁,加入 1.0 mL(用于测定 Cd)或 1.5 mL(用于测定 Pb)盐酸溶液 [1 d)2)] ,稍微加热,使烧杯中的盐溶解。将溶液冷却至室温,并将其转移到 50 mL 容量瓶 [2.2 h)3)] 。50 mL 容量瓶中的溶液将分别按照以下步骤进行处理:  
——测定 Pb 时,加水 [1 a)] 至刻度并混匀。

——测定 Cd 时,如果样品不含铜、铁、锌、银等杂质,加入 1.0 mL 钴溶液 [1 u)] 和 5.0 mL 硫脲溶液 [1 s)] 到容量瓶。如果样品含有这些外来金属杂质,则用 10.0 mL 掩蔽剂 2 [1 t)2)] 代替 5.0 mL 硫脲溶液 [1 s)] ,加水 [1 a)] 定容并混匀。

如果样品含有大量的卤素化合物(可从先前的筛查试验获得信息),则应执行以下步骤:

- i) 称取样品至瓷坩埚中 [2.2 g)] 。
- j) 在瓷坩埚中加入 5 mL 15 mL 硫酸 [1 b)l)] ,然后在电热板或砂浴锅 [2.2 1)] 上缓慢加热瓷坩埚 [2.2 g)] 及其内容物,直到塑料熔化并变黑。
- k) 冷却后,加入 5 mL 硝酸 [1 c)l)] 继续加热直到塑料完全被消解并生成白色烟雾。
- l) 冷却后,将坩埚 [2.2 g)] 放置在 550 °C±25 °C 的马弗炉 [2.2 m)] 中,将样品蒸发、干燥和灰化,直到碳完全燃烧。
- m) 灰化结束后,加入 5 mL 硝酸 [1 c)1)] ,并将溶液转移到 50 mL 容量瓶 [2.2 e)3)] 中,加水 [1 a)] 定容。得到样品的浓缩液。根据不同仪器情况,可用水 [1 a)] 稀释上述溶液到适当浓度进行测定。

n) 任何样品残留物均应用离心机或过滤器分离。残留物应通过适当的方法检查(例如 XRF、碱熔法、其他酸溶法等), 确认没有目标元素损失。

4.1.2 微波消解步骤如下:

a) 将称好的样品放入微波消解罐中, 加入 5 mL 硝酸 [1 c)1)] ,再加入少量或催化剂量(如: 0.1 mL~1 mL)过氧化氢 [1 k)] ,以促进有机物质的完全氧化。盖上消解罐盖, 放在微波消解装置 [2.2 p)] 中。样品按照预先设定的程序进行消解, 然后冷却。使用 AFS 测试时, 按 4.1.1 h)操作。使用 AAS 法测试时, 先将消解液转移到 50 mL 容量瓶 [2.2 e)3)] ,用水 [1 a)] 定容。得到样品的浓缩液。根据不同仪器情况, 可用水 [1 a)] 稀释上述溶液到适当浓度进行测定。

b) 常规消解不适用, 或样品含有大量的 Si、Zr、Hf、Ti、Ta、Nb、W(可从先前的筛查试验获得信息)时, 应按以下步骤进行:

——将称好的样品放入微波消解罐中, 加入 5 mL 硝酸 [1 c)1)] 和 1 mL HF [1 e)] ,再加入少量(如: 0.1 mL~1 mL)过氧化氢 [1 k)] ,以促进有机物质的完全氧化。盖上消解罐盖, 放在微波消解装置 [2.2 p)] 中。样品按照预先设定的程序进行消解, 加入硼酸 [1 j)] 使氟化物络合, 以保护石英等离子体炬管(适用于不具备耐酸进样系统的仪器)。冷却后, 将溶液转移到 50 mL PTFE/PFA 容量瓶 [2.2 h)3)] 中, 加水 [1 a)] 定容。得到样品的浓缩液。根据不同仪器情况, 可用水 [1 a)] 稀释上述溶液到适当浓度进行测定。

注: 本法不适用于 AFS 法。

b) 任何样品残留物均应用离心机或过滤器分离。残留物应通过适当的方法检查(例如 XRF、碱熔法、其他酸溶法等), 以确认没有目标元素损失。

## 4.2 金属

样品消解步骤如下:

a) 将表面皿 [2.2 e)5)] : |盖在装有样品的玻璃烧杯[2.2 e)2)] ,加入 20 mL 混合酸 1 [1 i)1)] ,加热直到样品溶解。冷却至室温, 用水 [2 a)] 冲洗表面皿底部和烧杯内壁。将溶液转移至 100 mL 容量瓶 [2.2 e)3)] .加水 [1 a)] 定容。所得溶液是样品的浓缩液。用水 [1 a)] 将样品溶液稀释至不同测试仪器适合的浓度水平。必要时, 在容量瓶 [2.2 e)3)] 加水 [1 a)] 定容前加入内标溶液 [1 w), 如 Rh。内标元素的种类及加入量取决于所选择的分析方法。计算结果时应考虑稀释倍数。稀释和添加内标的情况均应进行记录。

b) 使用 AFS 法测试时, 在稀释样品溶液之前, 用移液器移取 2.5 mL 溶液至 100 mL 烧杯 [2.2 e)2)] : |中。将烧杯放在电热板上 [2.2 1)] ,低温下加热直到溶液完全干燥。用少许水 [1 a)] 冲洗烧杯的内壁, 加入 1.0 mL(用于测定 Cd)或 1.5 mL(用于测定 Pb)盐酸溶液 [1 d)2)] ,稍微加热, 使烧杯中的盐溶解。将溶液冷却至室温, 并将其转移到 50 mL 容量瓶:2.2 h)3)]。50 mL 容量瓶中的溶液将分别按照以下步骤进行处理:

——测定 Pb 时, 将 4.0 mL 掩蔽剂 1 [1 t)1)] 加入容量瓶中, 加水 [1 a)] 至刻度并混匀。静置约 30 min, 然后用慢速滤纸直接过滤。滤液进行测试。

——测定 Cd 时, 将 1.0 mL 钴溶液 [1 u)] 和 5.0 mL 掩蔽剂 2 [1 t)2)] 加入容量瓶中, 加水 [1 a)] 至刻度。放置约 30 min 后对溶液进行测试。

## 4.3 电子件

王水消解步骤如下:

a) 称取约 2 g 研磨的样品(最大粒径 250 μm)放入到反应容器中, 精确至 0.1 mg, 加入 30 mL 混合酸 3 [1 1)3)]。反应器需配备一个回流冷凝器和一个吸收皿, 吸收皿中装有 10 mL 0.5 mol/L HNO<sub>3</sub> [1 c)2)]。消解时应控制温度, 在室温下消解 12 h, 在 120°C 下消解 2 h。冷却至室温后, 将吸收皿中的提取物转入反应容器中, 溶

液用 0.45  $\mu\text{m}$  的玻璃微纤维过滤器 [2.2 r)] 上过滤，用 15 mL 5% HCl [1 d)3)] 洗涤固体残留物四次。将溶液转移至 250 mL 容量瓶 [2.2 e)3)]，以 5% HCl [1 d)3)] 定容，用于 ICP-OES、ICP-MS 和 AAS 检测，或转移溶液至 1 000 mL 容量瓶 [2.2 e)3)]，并以 5% HCl [1 d)3)] 定容，用于 AFS 检测。所得溶液是样品的浓缩液。用 5% HCl [1 d)3)] 将样品溶液稀释至不同测试仪器适合的浓度水平。

b) 对于 AFS 方法，吸取 2.50 mL 样品浓溶液 100 mL 烧杯 [2.2 e)2)] 中，将烧杯放在电热板上 [2.2 1)]，低温加热直到溶液完全干燥。用少许水 [1 a)] 冲洗烧杯的内壁，加入 1.0 mL (用于测定 Cd) 或 1.5 mL (用于测定 Pb) 盐酸溶液 [1 d)2)]。稍微加热，使烧杯中的盐溶解。将溶液冷却至室温，然后将其转移到 50 mL 容量瓶 [2.2 e)3)] 中。50 mL 容量瓶中的溶液分别按以下步骤处理：

——测定 Pb 时，力。4.0 mL 掩蔽剂 1 [1 t)1)] 至容量瓶中，用水 [1 a)] 定容混匀，放置约 30 min，用 0.45  $\mu\text{m}$  玻璃微纤维过滤器 [2.2 r)] 过滤。滤液进行检测。

——测定 Cd 时，加 1.0 mL 钴溶液 [1 u)] 和 5.0 mL 掩蔽剂 2 [1 t)2)] 至容量瓶中，用水 [1 a)] 定容。放置约 30 min，溶液待测。

如果过滤器上有样品残留物，则应通过适当的方法进行检查(例如 XRF、碱熔法、其他酸消解法等)，以确认无目标元素损失。

## 5. 校准

### 5.1 校准溶液的制备

在逐级稀释每一种元素储备溶液后，将含有 0  $\mu\text{g}$ ~ 100  $\mu\text{g}$  每种元素的储备溶液转移到 100 mL 容量瓶 [2.2 e)3)] 中。若采用 AFS 法或内标法，则加入各种试剂，如适量的钴溶液 [1 u)] 和硫脲溶液 [1 s)]、或掩蔽剂

[1 u)]、或内标溶液 [1 w)]，使其与样品溶液中的试剂浓度相同。使用 AAS 法，可以是混合校准溶液。

### 5.2 校准曲线的建立

光谱仪用于定量分析。采用 AAS 方法时，5.1 所得的样品溶液被雾化后引入氩等离子体或乙炔/空气火焰。当样品溶液含有 HF 时，应使用具有耐 HF 的进样系统。若采用 AFS 法，测试溶液中的 Pb(II) 被铁氰化钾氧化成 Pb(IV)，然后与  $\text{KBH}_4$  反应，生成挥发性氢化物  $\text{PbH}_4$  或测试溶液中的 Cd 离子与  $\text{KBH}_4$  反应生成挥发性气体，然后将  $\text{PbH}_4$  或气态 Cd 从液体中分离出来，用载气(Ar)引入石英炉中原子化。

#### a) AAS

——测得读数为目标元素的吸光度。在校准曲线法中，绘制目标元素吸光度与浓度之间的关系曲线作为校准曲线。

——在标准加入法中，将校准加入样品溶液中，通过将校准曲线外推至零吸光度来确定目标物未知浓度。

——表 1 中给出了元素的典型测量波长供选择。如果存在共存物质的干扰，则应采用标准加入法。

#### b) AFS

——测定 Pb 时，应使用载流 1 [1 r)1)] 和氧化还原剂 [1 p)]。测定 Cd 时，应使用载流 2 [1 r)2)] 和还原剂 [1 q)1)]；测得读数为目标元素的荧光强度。在校准曲线法中，绘制目标元素荧光强度与浓度之间的关系曲线作为校准曲线。

——在标准加入法中，将校准标准系列加入样品溶液中，通过将校准曲线外推到零荧光强度来确定目标物未知浓度。

### 5.3 样品测定

校准曲线建立后，测定实验室试剂空白和样品溶液。如果样品浓度超出校准曲线的范围则应释溶液到校准曲线的范围内，确保酸度匹配，并进行再次测定。

测定的准确度通过使用标准物质、校准溶液等进行定期检查(例如每 10 个样品一次)。如果需要, 应再次建立校准曲线。

在校准结果与预期值相差超过 20%的情况下, 则应重新校准测定并重新测定该批次的所有样品。

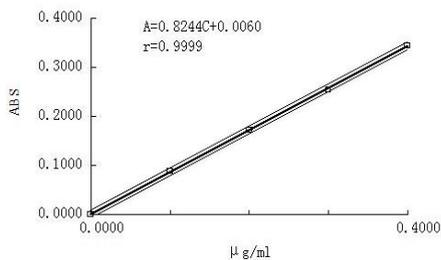
如果将样品稀释到校准曲线范围, 则应确保稀释的样品溶液中的酸度、内标和其他试剂浓度与储备溶液相当。原子吸收法曲线:

Cd元素测定数据报告

标准样品测量结果:

	浓度	吸光度	标准偏差	相对偏差	单次吸光度		
空白液	0.0000	0.0003	0.0006	202.10%	-0.0004	0.0006	0.0007
标样 1	0.0000	-0.0000	0.0007	-13753.67%	0.0003	-0.0008	0.0005
标样 2	0.1000	0.0882	0.0008	0.86%	0.0887	0.0885	0.0873
标样 3	0.2000	0.1732	0.0012	0.70%	0.1723	0.1746	0.1728
标样 4	0.3000	0.2548	0.0015	0.58%	0.2545	0.2535	0.2565
标样 5	0.4000	0.3441	0.0024	0.69%	0.3418	0.3440	0.3466

标准工作曲线:

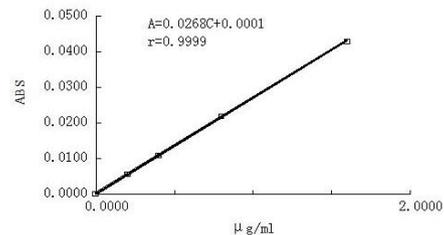


Pb元素测定数据报告

标准样品测量结果:

	浓度	吸光度	标准偏差	相对偏差	单次吸光度		
空白液	0.0000	0.0005	0.0000	0.00%	0.0000	0.0000	0.0000
标样 1	0.0000	-0.0002	0.0002	-89.82%	-0.0004	-0.0003	0.0000
标样 2	0.2000	0.0056	0.0001	1.18%	0.0056	0.0055	0.0057
标样 3	0.4000	0.0109	0.0003	2.54%	0.0112	0.0106	0.0110
标样 4	0.8000	0.0220	0.0004	1.64%	0.0215	0.0222	0.0222
标样 5	1.6000	0.0429	0.0009	2.00%	0.0422	0.0428	0.0439

标准工作曲线:



## 6. 计算

5.3 中测得的浓度是样品溶液中各元素的含量。样品中各元素的含量按公式(1)计算:

式中:

$$c = \frac{A_1 - A_2}{m} \times V$$

c 样品中 Pb、Cd、Cr 的含量, 单位为微克每克(µg/g);

A1——样品溶液中 Pb、Cd、Cr 的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

A2——实验室试剂空白液中 Pb、Cd、Cr 的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

V——样品溶液的最终体积, 取决于样品制备的稀释比例, 单位为毫升(mL);

m——所测样品的质量, 单位为克(g)。

## 7. 精密度

在同一实验室内, 由同一检测人员, 使用相同的方法, 相同的设备, 在短时间间隔内测试同一材料, 当两个独立的单一检测结果的值在下面表 1 中所引用的平均值范围内时, 超过 5%的情况下所获得的两次测试结果之间的绝对差异不超过国际实验室间研究 nos.2 (IIS2) 和 4A (IIS 4A)的统计分析得出的重复性限厂。

在不同实验室, 由不同的检测人员, 使用相同的方法, 不同的设备, 测试同一材料, 当两个独立的测试结果的值位于表 1 所示值的范围内时, 超过 5%的情况下所获得的两次测试结果之间的绝对差异不超过国际实验室间研究 nos.3 (IIS2) 和 4A (IIS 4A)结果的统计分析得出的再现性极限 R。

表 1 重复性和再现性

材料类型	IIS	检测方法	元素	平均值 mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
聚合物	2	AAS	Pb	480.0	21.1	数据不足
聚合物	4A		Pb	953.8	22.5	60.4
				98.3	3.5	3.6
金属	2		Pb	26.2	4.7	10.6
				188.0	11.9	数据不足
电子件	2		Pb	17 050	990	
聚合物	4A		Cd	98.2	4.2	7.3
		138.5		11.1	9.5	
电子件	2	Cd	14.0	7.9	数据不足	
聚合物	4A	AFS	Cr	15.2	3.4	7.8
				98.1	9.7	9.9
聚合物	2		Pb	109.0	10.1	数据不足
				17.3	4.3	数据不足
				15.6	2.0	2.6
	4A			902.1	36.2	143.4
				15.6	2.00	2.6
				902.1	36.2	143.4
金属	2			1 016.0	259.6	数据不足
聚合物	2		Cd	131.3	26.0	数据不足
				21.3	3.2	数据不足
	4A			173.6	6.5	18.0
				91.0	7.1	20.5

## 8. 质量控制

### 8.1 概述

适用时，每个测试方法标准的质量保证和控制要求应包括对质控样测试频率和验收准则的要求。本条款还应包括通用的质量控制方法如检出限（LOD）和定量限（LOQ）的确定。使用时，检出限和定量限应与 8.2 的描述一致。表 2 中列出了其他方法专有的质量控制要求，包括有关初始校验、方法空白、实验室控制样（LCS）等。

表 2 质量控制项目验收要求

项目	测样含量 mg/kg	验收要求
校准曲线		$R^2 > 0.995$
初始校验	比如对于铅、镉或铬是 1 mg/kg	回收率:90%~110%
连续校验(CVV)	比如对于铅、镉或铬是 1 mg/kg	回收率:90%~110%
方法空白		< MDL
实验室控制样品(LCS)	校准范围中段	回收率:80%~120%
实验室控样重复性试验	校准范围中段	相对偏差 < 20%

- a) 每当建立校准曲线时, 用一来自不同校准标准系列的标准进行初始校验。
- b) 每批样品进行一次方法空白分析。不含铅、镉或格的空白基体可以作为方法空白样品。
- c) 每批次进行的一个实验室控样 (LCS) 和实验室重复性试验, 应通过在空白基体中添加铅、镉或铬的方法来分。或者, 重复检测含有铅、镉或铬的有证标准物质。
- d) 每测试 10 个样品和每批样品结束时, 进行一次连续校验分析 (CCV)。铅、镉或铬的回收率应在 90% 和 110%之间。如果连续校验分析 (CCV) 时铅、镉或铬的回收率超出此范围, 则应在 12 h 内对该 CCV 标准重新分析。如果对 CCV 标准进行再分析后, 回收率仍然超出范围, 则应停止分析, 并对系统进行维护以使其恢复到最佳操作条件。最后一个正确的 CCV 校准结果前检测的样品都可以出具报告, 但是 CCV 标准不符合之后的所有样本应用新的校准手段来进行重新检测。

## 8.2 检出限 (LOD) 和定量限 (LOQ)

按下列实验步骤确定铅、镉或铬的方法检出限和定量限。

- a) 准确称取适量已知不含铅、镉或铬的样品 (例如, 有证标准物质) 或根据第 7 章中的相关步骤可能会干扰分析的其他化合物。将样品依次放入每个容器中, 重复样品至少 5 个。

- b) 在每个容器中加入 10 铅、镉或铬储备溶液 [1 v]。
- c) 根据第 7 章的测试相关步骤进行消解和光谱测定。
- d) 按照第 9 章的规定计算每种元素的含量  $\mu\text{g/g}$ , 并按公式 (2) 每个样品中加标元素的回收率百分比: 式中:

$$SR = \frac{C \times M}{SA} \times 100$$

- SR——以百分数表示的铅、镉或铬的加标回收率, %;
- C——测得的含量, 单位为微克每克 ( $\mu\text{g/g}$ );
- M——样品质量, 单位为克 (g);
- SA——加标量 (10  $\mu\text{g}$ )。

每种样品的元素加标回收率应在 70% 125%之间。如果任一重复样品的加标回收率不在规定范围内, 则应重复整个萃取和分析过程。

- e) 方法检出限通过计算重复分析 (至少 6 次) 的标准偏差  $s$  来获得。然后, 将标准偏差乘以学生  $t$  值, 重复检测  $n$  次时的自由度为  $n - 1$ 。表 3 给出了重复检测 6 到 10 次时的学生  $t$  值。

例如: 重复检测 6 次时, 自由度为  $6 - 1 = 5$ ,  $t$  值为 3.36。

注意: 用于计算 MDL 的所有分析过程应是连续的。

表 3 方法检测限 =  $t \times S_{n-1}$

样品数目	学生 $t$ 值统计量 99%的置信度
6	3.36
7	3.14
8	3.00
9	2.90
10	2.82

f) 方法检出限乘以因子 5 为方法的定量限。  
不同实验室的方法检出限和定量限可能不同。一般情况下，使用本方法测试都能达到  $2 \mu\text{g/g}$  的方法检出限（定量限为  $10 \mu\text{g/g}$ ）。

## 推荐设备

### UV-1500PC 紫外可见分光光度计



#### 仪器特点

- \*采用单片微机控制，128\*64 位液晶显示
- \*宽大的液晶显示器可显示多组数据
- \*巨大的内存空间，可存储多组数据和曲线
- \*自动调 0、调 100%功能
- \*波长自动调节
- \*光源自动切换，滤色片自动切换
- \*宽大样品池（5mm ~ 100mm）
- \*具有最多十点标样建标准曲线测量功能
- \*可通过直接输入 K、B 因子建立标准曲线进行定量测量
- \*可直接输入标样和对应浓度值建立标准曲线进行定量测量

AA-1800 型原子吸收光谱仪是由行业的专家和国内知名高校联手研发完成，拥有几十年光谱仪器的研发和应用经验。该产品包括火焰、石墨炉及氢化物发生系统，可配置多种附件，灵活的配置方案可满足不同层次客户的需求。全自动多功能 AA-1800 型原子吸收光谱仪可

- \*可断电保存测量设置的标准曲线参数
- \*配备通用并行打印接口，可打印标题栏、测量数据、曲线参数、曲线标准样品点和曲线
- \*配 USB 接口
- \*可通过 PC 软件控制实现光谱扫描等更精确和灵活的测量要求

#### 技术指标及基本参数

- \*波长范围：190 ~ 1100nm
- \*光谱带宽：2nm
- \*波长准确度： $\pm 0.5\text{nm}$
- \*波长重现性： $\leq 0.2\text{nm}$
- \*透射比准确度： $\pm 0.3\% \tau$
- \*透射比重复性：0.15%  $\tau$
- \*杂散光： $\leq 0.05\% \tau$  (220nm NaI, 340nm NaNO<sub>2</sub>)
- \*稳定性：0.001A/h (500nm 预热后)
- \*测光方式：透过率、吸光度、浓度、能量
- \*波长调节：自动调节
- \*光度范围：-0.3 ~ 3A
- \*显示方式：128\*64 液晶
- \*检测器：进口硅光二极管
- \*光源：进口氙灯，进口钨灯
- \*电源：AC 220V/50Hz 或 110V/60Hz
- \*功率：120W
- \*仪器尺寸：480×350×220mm
- \*主机净重：15Kg

### AA-1800H 原子吸收光谱仪

进行复杂的样品分析，多种分析方法可自动切换，做到无人全自动分析。

AA-1800 型原子吸收光谱仪广泛应用于科研、质检、疾控、环保、冶金、农林、化工等行业，创新的软、硬件设计确保样品分析的准确性、安全性、易用性，仪器维护简单便捷。

## 主要特点

### 高精度全自动化光学系统

色散率为 1800 条/毫米刻线大面积光栅，新型自准直单色器，所有镜片均是石英镀膜，宽广的检测范围和光学稳定性确保了分析的精度。全自动 6 灯座配置 6 个独立灯电源，可分别预热；

### 高分子雾化室

高分子材料抗腐蚀雾化室，耐酸碱，包括氢氟酸，无论是有机或是无机溶液都能得到较好的灵敏度和稳定性；

### 钛燃烧器

钛燃烧器，可选配 50mm 和 100mm 燃烧器，空冷预混合型，耐腐蚀，耐高盐，大幅度提高火焰的效率和火焰分析的准确度；

### 全自动化分析

能自动完成安全点火，熄灭和切换，结构可靠，故障率低，从而确保火焰法的灵敏度和重现性。

光源系统六灯位平台自动切换，可直接使用高性能空心阴极灯，提高火焰分析的灵敏度，自动调节供电参数和光束位置，全自动波长扫描和寻找波峰；

### 石墨炉温控

内外气双重温度控制，20 阶线性或非线性升温，确保待测元素具有较好的灵敏度；炉内富集浓缩达 20 次，纵向光控监测石墨管内壁温度，最高可升温至 3000°C/s。

### 高技术指标

AA-1800 型原子吸收光谱仪元素测试灵敏度达到行业先进水平，灵敏度  $\leq 0.015\mu\text{g/mL}/1\%$ ；基线漂移小于 0.003Abs/30m，稳定性优于 0.005Abs/4h；

### 背景校正系统

采用氘空心阴极灯和自吸收扣背景进行背景校正，消除低含量测定时分子吸收的干扰，减少了氘灯的发射噪声，延长了使用寿命，具有较好的稳定性。氘灯背景信号为 1A 时，扣除背景能力 > 50 倍；

### 智能化分析

智能性非常强，人性化设计，火焰和石墨炉原子化器自动切换，石墨炉原子化器自动优化，自动设置调节火焰高度，自动点火，水平位置自动优化，系统自动设置气体流量。如遇停电、误操作、乙炔泄漏等，系统会自动启动安全保护功能；

### 自动进样器

与石墨炉一体化设计，采用高精度注射器，最低可进 0.5 $\mu\text{l}$  样品，具有智能化在线稀释与浓缩功能。

### 软件功能

#### 强大的功能

高智能软件，功能强大，友好的中文操作界面。全自动仪器及附加控制，可自动优化，自动稀释；鼠标操作，自动设定菜单数据和校正方法；

测量数据可以实现动态显示。标准曲线可以实现自动拟和；

样品测量准确：采用向导的方式对样品进行设置，方便快捷；

灵敏度校正功能：使测量的结果更为准确；

### 数据共享

方便快捷的数据共享

数据处理：可对数据进行编辑保存；

打印输出：提供单元素与多元素分析报告；对测量结果及仪器的条件进行打印；

数据导出：数据导出功能实现了与其他系统的数据共享。



## 技术参数

主机

型号：AA-1800H

光源：单元素或多元素空心阴极灯

灯座：六灯灯平台自动切换，全自动准直

灯电流：脉冲式供电

光学系统：大面积 1800 条/mm 刻线光栅，全封闭光学系统

波长范围：190-900nm，自动寻找波峰，一键光学优化功能

波长准确度： $\leq 0.15\text{nm}$

波长重复性： $\pm 0.1\text{nm}$

光谱带宽：0.1、0.2、0.4、1.0、2.0nm 自动设置

基线漂移：静态  $\leq \pm 0.002\text{A}/30$  分钟，动态  $\leq \pm 0.005\text{A}/30$  分钟

吸光度范围：0-4A

检测器：进口光电倍增管

火焰系统

燃烧头：全钛燃烧头，50mm 或 100mm 通用燃烧头

雾化室：高分子防爆防腐雾化室

雾化器：高效玻璃雾化器，也可定制

点火方式：微机控制，自动点火

气体控制：全自动气体控制系统

特征浓度：0.015 $\mu\text{g}/\text{mL}/1\%$  (Cu)

检出限：0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$  (Cu)

精密度：RSD $\leq 0.5\%$

安全性：气体泄漏报警、防回火自动保护、出现异常自动断电等多重保护措施

石墨炉系统

加热方式：纵向加热

控温方式：纵向光学温控监测石墨管内壁温度

温度范围：室温至 3000 $^{\circ}\text{C}$

程序控温：全自动控温达 20 阶，炉内富集浓缩达 20 次

特征量：0.5 $\times 10^{-12}\text{g}$  (Cd)

检出限：0.4 $\times 10^{-12}\text{g}$  (Cd)

精密度：RSD $\leq 3\%$

冷却水：可选择冷却水循环系统

安全性：石墨管损坏、水流量、气压等报警；水温过热保护

石墨炉自动进样器（选配）

样品盘：130 位样品杯，6 位试剂杯

进样体积：0.01-100 $\mu\text{l}$

最小增量：0.01 $\mu\text{l}$

进样体积重复性：1%

重复进样次数：高达 99 次

清洗容器容积：500mL

背景校正

氘灯背景校正：可校正 1A 背景

自吸背景校正：可校正 1A 背景

数据处理

测量方式：火焰法、石墨炉法、氢化物-原子吸收法

浓度计算方式：标准曲线法 (1~3 次曲线)，自动拟合，标准加入法

重复测量次数：1-99 次、计算平均值、给出标准偏差和相对标准偏差

结果打印：参数打印，数据结果打印，图形打印，可导出 WORD、EXCEL 文档

## AFS-6801 原子荧光光度计

仪器主机

\*双道两元素可同时测量。

\*光路：双光束单检测器光学系统，多灯位设计，全通道双光束对等系统设计，具有极佳的通道一致性，抗干扰杂光影响，提高仪器准确性和稳定性。

\*光源系统：空芯阴极灯采用新式脉冲调制/恒流驱动供电方式。

- \*空芯阴极灯采用编码技术，仪器自动识别空芯阴极灯，并可监控空芯阴极灯的工作状态及使用寿命
- \*检测系统：采用进口光电倍增管。
- \*进样系统：采用注射泵顺序流动进样装置。（样品空白交替引入，避免样品交叉污染，保证测量准确性）
- \*采用新型断续流动无残留蒸气发生反应系统，反应效率更高
- \*采用高效涌流式两级化学气液反应分离装置，化学反应更完全，气液分离效果更佳，特别适合岩矿、土壤等复杂样品测定
- \*具有载气稳流装置，既可在线消除硼氢化钾产生的气泡，又可降低试剂间扩散效应，提高仪器稳定性
- \*具备两级汽液分离装置，第一级化学气相发生气液分离，二级水封汽液分离装置高效除水无需手动排废
- \*采用新型节气型气路设计，可随时控制关闭气源，节约氩气用量，减少仪器运行成本
- \*仪器电路采用强、弱电分离及最新型高集中度模块。
- \*采用密闭式石英原子化器。
- \*仪器采用低温炉原子器。
- \*具有外置滤光氩氢火焰实时观察窗，可直接对火焰状态实时进行观察。

#### 技术指标数据处理系统

- \*可随意脱机/联机切换工作
- \*单/多窗口任意打开
- \*单/多数据库任选
- \*进一步提高测量准确度的管理样校正
- \*采用 Windows98/2000/XP 的中文窗口操作软件，可实现自动系统诊断、自动样品测量、标准曲线法测量，多种报告格式

#### ICP-6800 电感耦合等离子体发射光谱仪

##### 产品简介



ICP-6800 型电感耦合等离子体发射光谱仪是我公司经多年技术积累而开发的电感耦合等离子体发射光谱仪，用于测定各种物质（可溶解于盐酸、硝酸、氢氟酸等）中的微量、痕量金属元素或非金属元素的含量，自动化程度高、操作简便、稳定可靠。目前仪器广泛应用于稀土、地质、冶金、化工、环保、临床医药、石油制品、半导体、食品、生物样品、刑事科学、农业研究等各个领域。

#### 技术指标

##### 固态电源技术指标

电路类型：电感反馈式自激振荡电路，同轴电缆输出，匹配调谐，功率反馈闭环自动控制

工作频率：27.12MHz±0.05%

频率稳定性：< 0.1%

输出功率：800W—1200W

输出功率稳定性：< 0.3%

电磁场泄漏辐射强度：距机箱 30cm 处电场强度 E：< 2V/m



## 进样系统技术指标

输出工作线圈内径 25mm

矩管，三同心型，外径 20mm 的石英矩管

同轴型喷雾器外径 6mm

双筒形雾室外径 34mm

氩气流量计规格和载气压力表规格

1. 等离子气流量计 (100-1000) L/h (1.6-16L/min)

2. 辅助气流量计 (10-100) L/h (0.16-1.66L/min)

3. 载气流量计 (10-100) L/h (0.16-1.66L/min)

4. 载气稳压阀 (0-0.4MPa)

5. 冷却循环水：水温 20-25℃ 流量 >5L/min 水压 >0.1MPa

## 单色器技术指标

光路：Czerny-Turner

焦距：1000mm

光栅规格：离子刻蚀全息光栅，刻线密度 3600 线/mm(可  
选用刻线密度 2400 线/mm)

线色散率倒数：0.26nm/mm

分辨率： $\leq 0.007\text{nm}$ (3600 刻线)， $\leq 0.015\text{nm}$ (2400 刻线)

扫描波长范围：3600 线/mm 扫描波长范围：190—  
500nm；2400 线/mm 扫描波长范围：190—800nm

步进电机驱动最小步距：0.0006 nm

出射狭缝：12 $\mu\text{m}$  入射狭缝：10 $\mu\text{m}$

## 光电转换器技术指标

光电倍增管规格：R293 或 R298

光电倍增管负高压：0-1000V 稳定性 < 0.05%

## 整机技术指标

扫描波长范围：195nm ~ 500nm (3600L/mm 光栅)

195nm ~ 800nm (2400L/mm 光栅)

重复性：(即短期稳定度) 相对标准偏差  $\text{RSD} \leq 1.5\%$

稳定性：相对标准偏差  $\text{RSD} \leq 2\%$

## 关于我们

上海美析仪器有限公司(以下简称美析)，是一家具有自主知识产权的高新技术企业，美析的创业理念“科技——因你改变”，并以此为企业宗旨，不断探究、果敢创新。特别是在分析测试仪器领域，不断开发出先进的产品，使美析成为优质仪器资源的供应者。



美析主营光谱类仪器：可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS，生命科学仪器：超微量分光光度计、全自动核酸提取仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。美析非常重视人才的引进和培养，人的因素是一个企业可持续发展的核心因素，所以美析充分尊重每一位员工，做到真正的“共建平台，实现自我”。为此美析建立了强大的培训团队，对在职工进行全方位的培训，帮助员工制定职业生涯规划，以期公司和员工共同发展。同时美析以“家庭、敬业、学习”的职业操守启迪着员工，每一个美析人都以饱满的热情和专业的技能完美呈现每一台仪器、服务每一位客户。对人才的重视和尊重使公司的各个环节都充满着严谨和激情，全新的设计理念、对高精度高参数的苛刻要求、应用范围的持续延伸，所有这些都我们的产品先进性上得到了完美呈现；从原材料的严格验收，到各工艺流程的标准流水线作业，再

到质检部门的严格出厂检测，美析人对生产各环节的苛刻要求使得公司建立起一套完善的过程质量控制系统，并在仪器的质量上得到有力体现。也因此使我们的产品受到国内外用户的一致好评。

美析的总部及生产基地设在上海，营销中心设在北京，并在上海、北京、江苏三地建有研发基地。为充分利用各地的智力资源，美析与国内外的部分科研单位也进行了深层次的科研合作，不断将科研成果转化为生产力。

为更好的服务于广大客户，美析仪器国内设有 12 家办事机构，量身定制符合您需求的应用解决方案，提高产品的附加值。在不断服务国内用户的同时，美析也与 20 多个国家的分销机构建立了深度的战略合作关系。

伴随着美析跻身全球品牌仪器行列步伐的加快，美析对自身的要求不断提高，同时我们也希望能得到社会各界的关爱和支持，让我们携手共同展望。科技，必将因你我而改变。

查找当地美析仪器服务网点：

<http://www.macylab.com/index.php?c=channel&a=type&tid=18>

免费服务热线：

400-6164-686

联系我们：

[macylab@126.com](mailto:macylab@126.com)

在线咨询：



微信搜一搜

美析仪器

[www.macylab.com](http://www.macylab.com)

美析对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 上海美析仪器有限公司，2023

2023 年 4 月，中国上海制作

20230409-UV1500-AA1800-AFS6801-ICP6800