

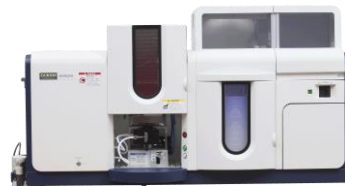
氢化物发生法分析河流中的硒

火焰原子吸收法和氢化物发生器联机应用，对硒进行微量分析，可以达到相当于自来水水质基准值或环境基准值的1/10，即1 μg/L附近的范围。

硒在河流中以4价或6价形式存在，但6价的硒不生成氢化物，所以要在预处理时统一为4价的硒，然后进行测定。

采用氢化物生成法测定硒时，不需要添加预还原剂，所以利用3液混合流路进行测定。

HFS-4氢化物发生器装载了有8根滚轴的蠕动泵，可以实现稳定的测定。



ZA3000型原子吸收分光光度计

分析河流中的硒（按照JIS K 0102基准）

- ✓将河流水认证标准物质稀释2倍，按照JIS K 0102 67.2基准方法进行测定。
- ✓如果在测定砷后再进行硒的测定，由于流路中有碘化钾残留，会造成硒的吸光度降低。所以如果要进行两种元素的测定，请先测定硒。

■ 测定条件

表1 Se的测定条件

Element	Se	Atomizer	STD Burner
Instrument	ZA3000	Flame	Air-C2H2
Atomization	Flame	Fuel (C ₂ H ₂)	1.0 L/min
Wavelength	196.0 nm	Oxidant (Air)	160 kPa
Lamp Current	12.5 mA		15.0 L/min
Slit Width	1.3 nm	Burner Height	7.5 mm

表2 Se的测定参数

Meas. Mode	Working Curve
Signal Mode	BKG Correction
Curve Order	Linear
Calculation	Integration
Time Constant	2.0 sec
Calculation Time	5.0 sec

表3 HFS-4试剂

Reagent	Flow Rate
1mol/L HCl	1 mL/min
1% NaBH ₄	1 mL/min

表4 样品制备

Sample	10 mL
HCl	4 mL
Total	20 mL

■ 测定结果

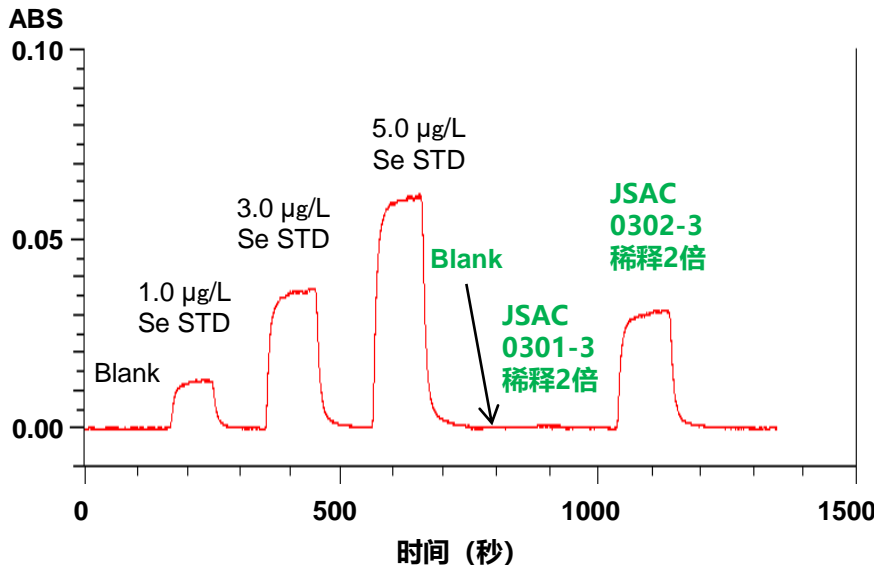


图1 Se的原子吸收信号剖面图

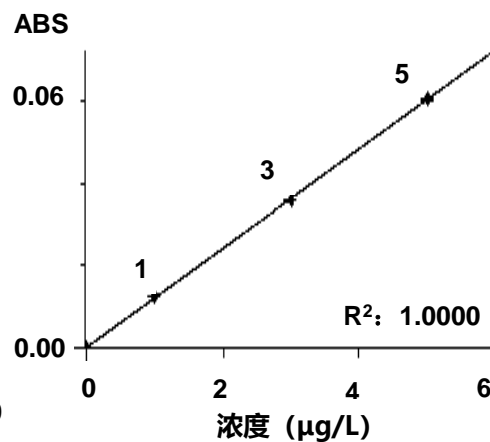


图2 Se的标准曲线

表5 各样品的浓度以及吸光度

ID	样品名称	浓度 (μg/L)	吸光度
STD 1	空白液	0.000	-0.00001
STD 2	1.0 μg/L Se	1.000	0.01236
STD 3	3.0 μg/L Se	3.000	0.03602
STD 4	5.0 μg/L Se	5.000	0.06038
UNK 1	空白液	ND	0.00012
UNK 2	JSAC 0301-3 (稀释2倍)	0.035	0.00051
UNK 3	JSAC 0302-3 (稀释2倍)	2.553	0.03083

表6 河流水标准样品中Se的测定结果

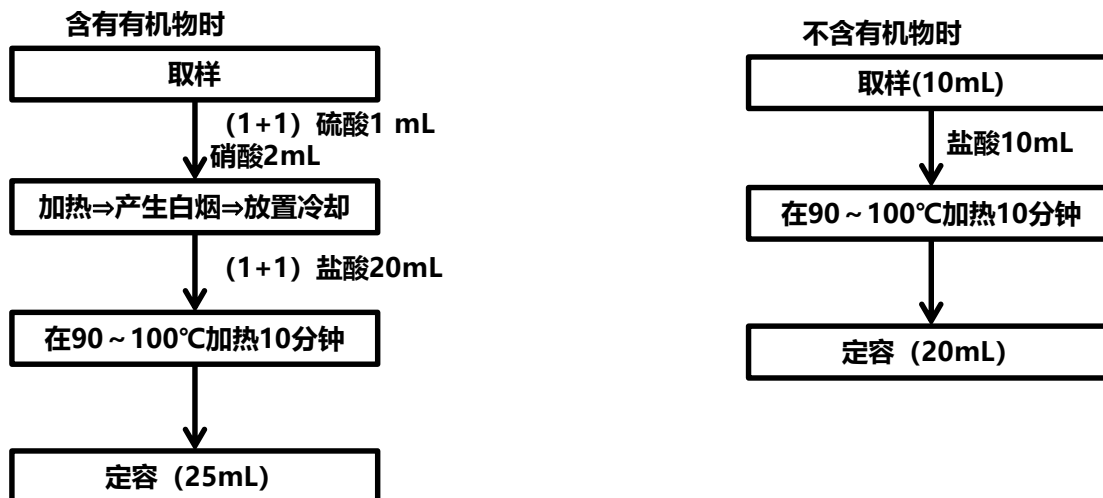
样品名称	测定结果 (μg/L)	允许值 (μg/L)
JSAC 0302-3	5.11	5.2 ± 0.1

测定结果为换算成原液浓度的值。

硒的预处理(JIS K 0102 67.2)

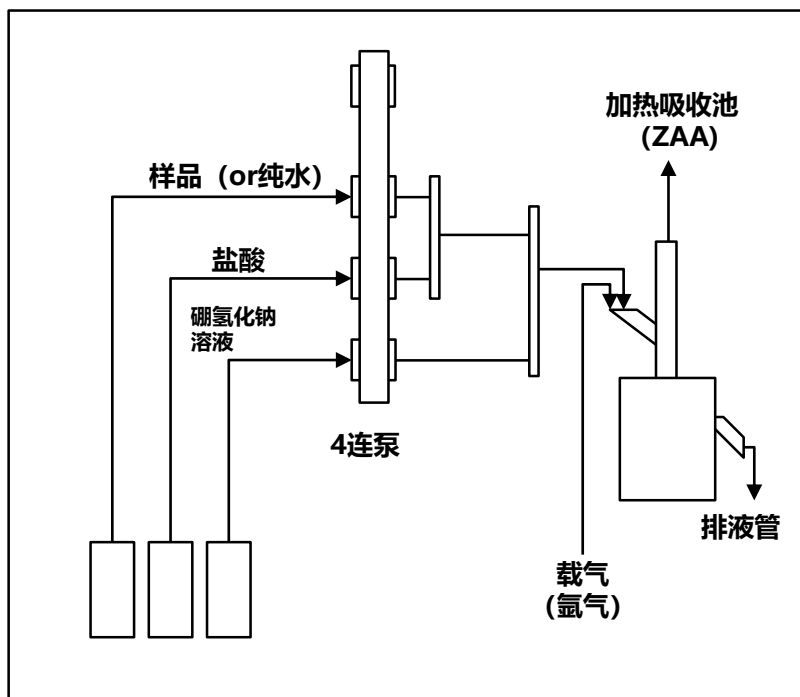
在此介绍JIS K0102 62.7所述硒分析样品的预处理方法。

在河水中含有的硒大多数是以无机态的Se(IV)或者Se(VI)的形式存在的。因为Se(VI)不生成氢化物，所以加入盐酸煮沸，将其还原成 Se(IV)。



HFS-4流路图

下面是测定硒的HFS-4流路图。测定硒时不需要添加预还原剂，所以在HFS-4中流动的是样品、盐酸、硼氢化钠三种液体。样品中的4价硒和硼氢化钠反应，生成硒化氢 (H₂Se)，将其导入到加热石英池中进行分析。



【KEY WORDS】

环境分析关系、环境水、河水、硒、Se、火焰、氢化物发生装置、AA, ZA3000, Flame, HFS-4, Environment