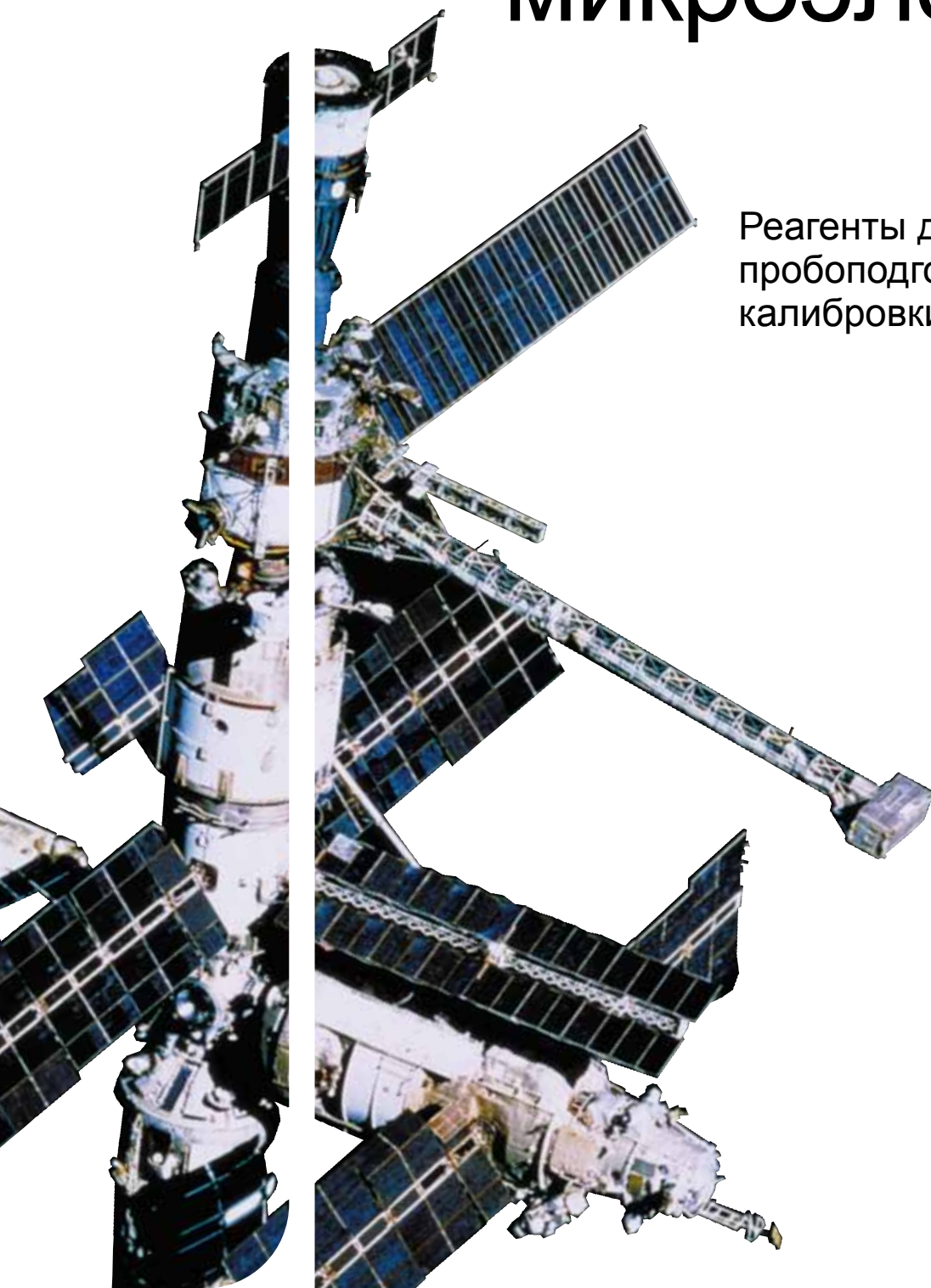


Анализ на микроэлементы

Реагенты для
пробоподготовки, анализа и
калибровки



Анализ на микроэлементы

Реагенты для пробоподготовки, анализа и калибровки

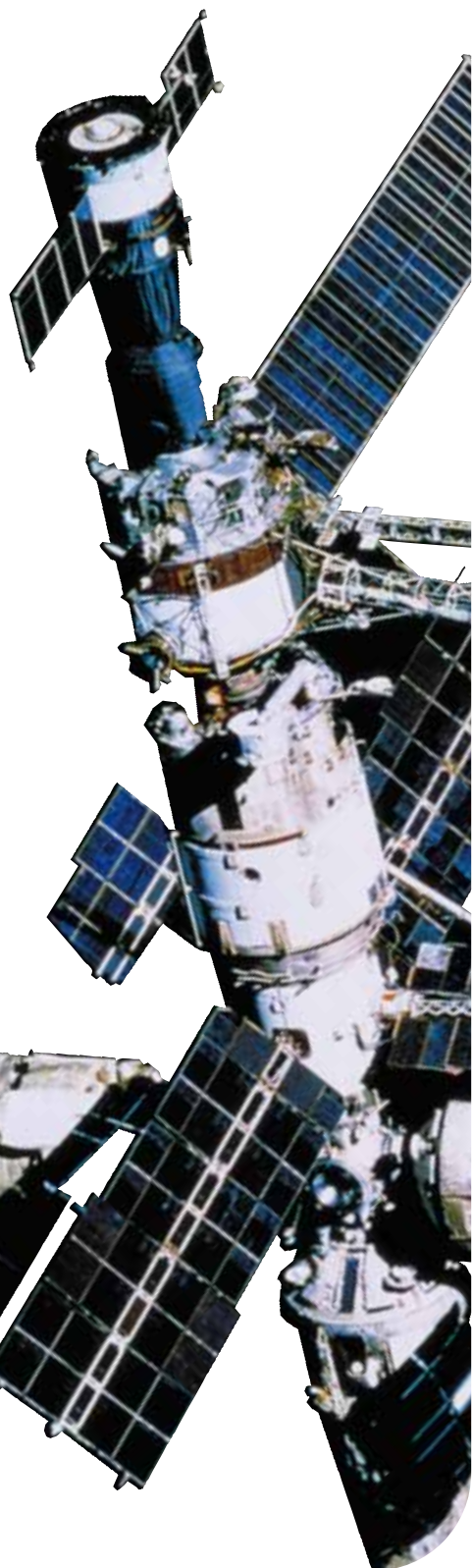
Аналитическая процедура ставит под угрозу не только физический метод определения, но также несколько иногда весьма сложных отдельных этапов. В редких случаях образец можно проанализировать без предварительной обработки. Обычно анализируемый материал надо растворить, или расплавить.

Полученные сигналы следует проанализировать и перевести в концентрацию, для чего требуются точно определенные аналитические стандарты. Чтобы минимизировать взаимодействия матрицы с определяемыми элементами, необходимо убедиться, что стандарт в значительной степени соответствует пробе по физическим и химическим показателям.

Чем более чувствительным становится определение с помощью прибора, тем большее значение приобретает чистота используемых реагентов. Трудно сосчитать системные ошибки, вызванные примесями во вспомогательных реагентах. Мерк предлагает специальную серию стандартов и реагентов для того, чтобы удовлетворить любые требования по чистоте.

Содержание

Минерализация	3
Минерализация биологического материала	4
Реагенты плавления	5
Ионообменники	8
Калибровочные стандарты Certipur	9
Матричные модификаторы	10
Определение ртути	10
Буферы для пламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии (ААС)	11
Реагенты для электрохимии	11





Пробоподготовка

Как правило, для проведения анализа на микроэлементы необходимо, чтобы исследуемый материал был доступен в виде гомогенного раствора. Обычно это осуществляется в результате разложения неорганическими кислотами, но иногда плавлением с последующим растворением в неорганической кислоте.

Обычно, более предпочтительным является разложение кислотой, несмотря на то, что разложение под давлением - это современный изящный метод, сегодня доступны кислоты значительно превышающие соли по степени очистки.

Однако, рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) - это одна из технологий, где разложение плавлением по-прежнему играет очень важную роль.

Реагенты для минерализации

При планировании анализа очень важно знать значение холостой пробы по требуемому реагенту.

Много лет реактивы Suprapur® используются при анализе на микроэлементы в интервале значений нг/г. Холостое значение этих реактивов колеблется в пределах от 0.1 до 2 ppb, в зависимости от элемента. Сертификат анализа, прилагаемый к упаковке, дает информацию для данной партии, полученную после стадии фасовки.

Для ультраследового анализа < 20 ppt, обычно используют кислоты градации Ultrapur®. Эти кислоты, получаемые методом дистилляции под точкой кипения, поставляются исключительно в бутылках, выполненных из фторполимера ПФА. Их холостое значение лежит в интервале ppq.



Реагенты для минерализации

Обозначение No.	Количество	Каталожный No.
Соляная кислота 30% Ultrapur®	250 мл	1.01514.0250
	500 мл	1.01514.0500
	1 л	1.01514.1000
Фтористоводородная (плавиковая) кислота 48% Ultrapur®	1 кг	1.01513.1001
Перекись водорода 31% Ultrapur®	1 кг	1.06097.1001
Азотная кислота 60% Ultrapur®	250 мл	1.01518.0250
	500 мл	1.01518.0500
	1 л	1.01518.1000
Серная кислота 96% Ultrapur®	250 мл	1.01516.0250
Вода Ultrapur®	1 л	1.01262.1000
Уксусная кислота 96% Suprapur®	250 мл	1.00066.0250
	1 л	1.00066.1000
Аммиачный раствор 25% Suprapur®	250 мл	1.05428.0250
	1 л	1.05428.1000
Муравьиная кислота 98–100% Suprapur®	1 л	1.11670.1000
Бромистоводородная кислота 47% Suprapur®	250 мл	1.00306.0250
	1 л	1.00306.1000
Соляная кислота 30% Suprapur®	250 мл	1.00318.0250
	1 л	1.00318.1000
Фтористоводородная (плавиковая) кислота 40% Suprapur®	500 мл	1.00335.0500
	2,5 л	1.00335.2500
Перекись водорода 30% Suprapur®	250 мл	1.07298.0250
	1 л	1.07298.1000
Азотная кислота 65% Suprapur®	250 мл	1.00441.0250
	1 л	1.00441.1000
орто-Фосфорная кислота 85% Suprapur®	250 мл	1.00552.0250
	1 л	1.00552.1000
Дигидрат щавелевой кислоты Suprapur®	100 г	1.00489.0100
Перхлорная кислота 70% Suprapur®	250 мл	1.00517.0250
	1 л	1.00517.1000
Раствор гидроксида натрия 30% Suprapur®	250 мл	1.05589.0250
	1 л	1.05589.1000
Серная кислота 96% Suprapur®	250 мл	1.00714.0250
	1 л	1.00714.1000



Минерализация биологического материала

Для расщепления биологического материала иногда используют органические агенты.

Наиболее популярным из них является Triton® X-100.

Реагенты для минерализации биологического материала

Обозначение No.	Количество	Каталожный No.
Диметилсульфоксид GR	500 мл	1.02931.0500
Triton® X-100 GR	1 л	1.08603.1000

Для подготовки образца к РФА используют два основных метода: спекание и прессование в таблетированную форму.

Сплавление

В том случае, когда требуется высокая точность анализа, используют сплавление. С помощью боратов Spectromelt® минералы, шламы, пробы грунта, камни, руды, сплавы, керамика и цемент могут быть приведены к гомогенному состоянию. Межкомпонентные эффекты можно уменьшить при разбавлении образца с плавнем или при перемешивании в абсорбирующем материале, таким как оксид лантана. Плавящий агент Spectromelt® для РФА характеризуется высокой чистотой и плотностью, дает крепкие таблетки с гладкой поверхностью.

Европейский стандарт EN 725-1 (1997) приводит смесь карбоната лития и борной кислоты (2:5) в качестве альтернативы борату лития для сплавления оксидов алюминия. При анализе очень низких концентраций рекомендуется комбинировать данный метод с использованием солей Suprapur®.

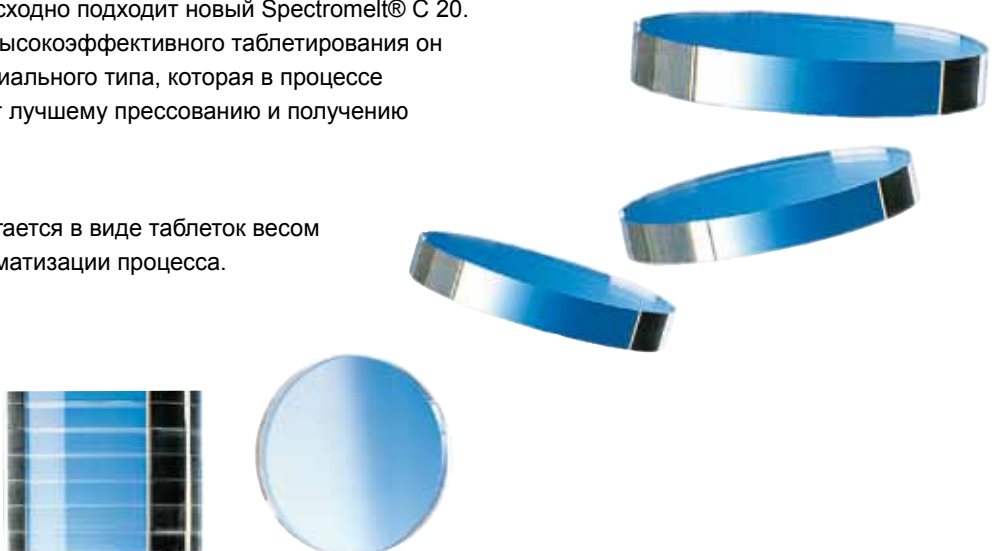
Размельчение

Таблетирование - альтернативный метод, когда требуется проанализировать тонко измельченную пробу. Однако, очень сложно приготовить прочные гранулы без помощи таблетировующего агента. Микродра Hoescht Wax C - это продукт, производимый в больших масштабах для лаковой промышленности, применялся для этих целей на протяжении многих лет. Пригодность воска для РФА проверялась в ходе прикладного теста и анализа на микроэлементы.

При автоматической подготовке порошковой пробы очень важна скорость анализа. Для этой цели подготовка осуществляется размельчением образца вместе с размельчающей и таблетировующей добавками в высокоэффективной мельнице.

Для этого процесса превосходно подходит новый Spectromelt® C 20. Вместе с добавками для высокоэффективного таблетирования он содержит целлюлозу специального типа, которая в процессе измельчения способствует лучшему прессованию и получению оптимизированных таблеток.

Spectromelt® C 20 предлагается в виде таблеток весом по 333 мг для легкой автоматизации процесса.



Плавни для РФА

Обозначение No.		Количество	Каталожный
Spectromelt® A 10	тетраборат дилития	1 кг	1.10783.1000
		5 кг	1.10783.5000
		25 кг	1.10783.9025
Spectromelt® A 12	66% тетраборат дилития 34% метаборат лития	1 кг	1.11802.1000
Spectromelt® A 14	51% тетраборат дилития 27% метаборат лития 12% оксид лантана(III) 10% фторид лития	1 кг	1.11724.1000
Spectromelt® A 15	тетраборат дилития 0.4% иодид калия	5 кг	1.24002.5000
Spectromelt® A 20	метаборат лития	1 кг	1.12996.1000
Spectromelt® A 22	22 части метабората лития 12 частей тетрабората дилития	1 кг	1.24001.1000
Spectromelt® A 100	тетраборат дилития (сплавленный)	100 г	1.12630.0100
		1 кг	1.12630.1000
Spectromelt® A 1000	тетраборат дилития с 0.07% бромид лития	1 кг	1.13175.1000
		5 кг	1.13175.5000
Spectromelt® B 10	тетраборат динатрия	1 кг	1.06304.1000
		5 кг	1.06304.5000
		50 кг	1.06304.9050
Карбонат лития Suprapur®		50 г	1.05676.0050
		250 г	1.05676.0250
Двухнатриевый тетраборат Suprapur®		25 г	1.06309.0025
		250 г	1.06309.0250
Борная кислота Suprapur®		50 г	1.00765.0050
		500 г	1.00765.0500
Микропудра Hoechst Wax C		1 кг	1.09014.1000
Вспомогательное вещество для размельчения и таблетирования Spectromelt® C 10 вес таблетки:		5 кг	1.13990.5000
			333 мг
Вспомогательное вещество для размельчения и таблетирования Spectromelt® C 20 вес таблетки:		5 кг	1.13934.5000
			333 мг

Агенты для плавящего гидролиза

Обозначение No.		Количество	Каталожный
Карбонат калия-1,5-гидрат Suprapur®		500 г	1.04926.0500
Хлорат калия (бертолетова соль) GR		500 г	1.04944.0500
Сульфат калия GR		1 кг	1.05107.1000
Гидросульфат калия GR Suprapur®		100 г	1.04887.0100
Карбонат натрия безводный Suprapur®		500 г	1.06395.0500
Пероксид натрия		500 г	1.06563.0500
		1 кг	1.06563.1000

Замечания по применению Spectromelt® – Сплавление

Тип Spectromelt®	рекомендуется для расщепления
A 10, A 100, A 1000	Основных оксидов карбонатов, проб грунта, магнезита, алюмосиликатов, боксита, редкоземельных оксидов, цементов, слюды, фосфатов. Использование Spectromelt® A 1000 с добавлением бромида лития обеспечивает лучшее отделение расплавленной фазы. Spectromelt® A 100 характеризуется чрезвычайно большой объемной плотностью 100 г/100 мл.
A 12 руда	Тетраборат натрия, цемент, песок, ил, хромовая
A 14	Аналог Spectromelt® A 12; оксид лантана действует как абсорбирующий агент. Добавление фторида лития снижает температуру плавления и уменьшает прилипание пробы к емкости.
A 15	Иодид калия, как противосмачивающий агент для увеличения поверхностного натяжения сплава - более легкое отделение из тигля.
A 20, A 22	Кислотные оксиды силикаты, песок, глина, шпинель.
B 10	Железо, железная, хромовая, титановая и оловянная руды, редкоземельные минералы.

Замечания по применению Spectromelt® – Измельчение

Тип Spectromelt®	рекомендуется для расщепления
C 10, C 20	Руды и шлаки в анализе стали и цемента.



Обогащение пробы на ионообменниках

При использовании ионообменников, микроэлементы могут адсорбционно связываться твердым носителем и десорбироваться с последующим обогащением относительно маленькими объемами растворителя. Для следового анализа мы рекомендуем ионообменники с градацией чистоты GR, повторно очищенные, регенерированные и полностью готовые к работе.

Ионообменники

Тип Каталожный No.	Обозначение	Форма иона	Размер упаковки	
Сильнокислый катионообменник	Ионообменник I	H+	500 г	1.04765.0500
	Amberlite IR-120	H+	500 мл	1.15131.0500
	Dowex 50 WX 8	H+	250 мл	1.05221.0250
	Dowex 50 WX 4	H+	250 мл	1.05238.0250
Слабокислый катионообменник	Ионообменник IV	H+	500 г	1.04835.0500
	Amberlite CG-50 I	H+	250 г	1.15627.0250
Сильноосновной анионообменник	Ионообменник III	OH-	500 г	1.04767.0500
	Amberlite IRA-402	Cl-	500 мл	1.12463.0500
	Amberlite IRA-410	Cl-	500 мл	1.15262.0500
	Dowex 1-X8	Cl-	250 мл	1.05242.0250
Слабоосновной анионообменник	Amberlite IRA-67	OH-	500 г	1.15959.0500
	Amberlyst A 21	OH-	500 мл	1.15261.0500
Смешанный ионообменник	Ионообменник V	H+/OH-	500 г	1.04836.0500
	Amberlite MB-3	H+/OH-	500 мл	1.15127.0500
	Amberlite IRN-150	H+/OH-	500 мл	1.15965.0500

Калибровочные стандарты

Полный ассортимент калибровочных стандартов перечислен в брошюре "Certipur®".

Метод:	Сертифицированный первичный стандарт:	Сертифицированные вторичные стандарты:	Вторичные стандарты:	Стандарты:	Трассируемость:
Атомно-абсорбционная спектроскопия	–	Моноэлементные стандарты для ИСП	Мультиэлементные стандарты для ИСП	–	Элементные стандарты (стандарты сравнения от NIST)
	–	–	–	Стандарты для ААС (растворы и концентраты)	Волюметрические и элементные стандарты (стандарты сравнения от NIST)
Измерение pH	–	Стандарты сравнения буферных растворов и субстанций	–	–	Буферы (первичные стандарты сравнения: PTB; NIST)
	–	–	–	Буферы (растворы и концентраты)	Буферы (первичные стандарты сравнения: PTB; NIST)
Измерение электропроводности	–	Стандарты для кондуктометрии	–	–	Кондуктометрические стандарты (первичные стандарты сравнения: PTB; NIST)
Ионная хроматография	–	–	Стандарты для ионной хроматографии	Стандарты для ионной хроматографии	Стандарты для волюметрии и ионной хроматографии (стандарты сравнения NIST)
Спектрофотометрия в УФ и видимом свете	–	–	Стандарты для УФ и видимого света	–	Стандарты для УФ и видимой областей света (стандарты сравнения NIST, физических методов)
Волюметрия	–	–	Волюметрические стандарты	–	Волюметрические стандарты (стандарты сравнения NIST)
Дополнительные методы	Сульфат бария, белый стандарт (сертифицирован по РТВ)	–	Стандарты коэффициента рефракции Стандарты для дифференциальной сканирующей калориметрии	Стандарт ООУ, стандарты цветности в соотв. с ЕР, стандарт 2-пропанола	–
ВЭЖХ	–	–	–	Стандарты для LiChro-Test	–

Вспомогательные реагенты для ААС – Матричные модификаторы

При определении элементов ААС с графитовой печью, все чаще и чаще используют матричные модификаторы.

В зависимости от определяемого элемента используют разные вещества, тем не менее, кристаллический нитрат палладия – один из наиболее популярных.

Самым важным признаком такого вещества является отсутствие определяемого элемента.

Поэтому, приведенные ниже реагенты были протестированы на пригодность в качестве матричного модификатора.

Матричные модификаторы

Обозначение	Количество	Каталожный No.
Магнийевый матричный модификатор с(Mg) = 10.0 ± 0.2 г/л [Mg(NO ₃) ₂ в 15% HNO ₃]	50 мл	1.05813.0050
Палладиевый матричный модификатор с(Pd) = 10.0 ± 0.2 г/л [Pd(NO ₃) ₂ в 15% HNO ₃]	50 мл	1.07289.0050
Фосфатный матричный модификатор с(NH ₄ H ₂ PO ₄) = 100 ± 0.2 г/л [NH ₄ H ₂ PO ₄ в воде]	50 мл	1.07290.0050
Дигидрофосфат аммония Suprapur®, подходит в качестве матричного модификатора	50 г	1.01440.0050
L-(+)-Аскорбиновая кислота GR	100 г	1.00127.0100

Определение ртути

Для определения ртути методом ААС можно использовать целый ряд методов. Наиболее популярным из них является метод восстановления хлорида олова (II), для которого доступно множество реагентов с низким содержанием ртути. Также часто применяется метод гидрирования.

Боргидрид натрия также имеет низкое содержание ртути, кроме низких значений холостого сигнала для гидрид-образующих элементов, таких как мышьяк или сурьма.

Определение ртути

Обозначение	Количество	Каталожный No.
Боргидрид натрия GR	100 г	1.06371.0100
Хлорид гидроксиламмония (макс. 0.000 001% Hg)	250 г	1.04619.0250
Хромат калия (макс. 0.000 001% Hg)	500 г	1.04865.0500
Перманганат калия (макс. 0.000 005% Hg)	1 кг	1.05084.1000
Хлорная кислота 70% (макс. 0.000 000 5% Hg)	1 л	1.00514.1000
Азотная кислота 65% (макс. 0.005 ppm Hg)	2.5 л	1.00452.2500
Серная кислота 95–97% (макс. 0.005 ppm Hg)	2.5 л	1.00732.2500
Дигидрат хлорида олова (II) (макс. 0.000 001% Hg)	250 г	1.07814.0250

Спектроскопические буферы для пламенной ААС

В пламенной ААС часто используют буферы для спектроскопии для того, чтобы предотвратить физические, химические и ионные воздействия. Буферные растворы Шукнехта и Шинкеля, используемые при определении щелочных элементов, стали чрезвычайно важными. Также для этого метода доступен мульти-элементный стандарт для лития, натрия и калия

Раствор буфера по Шинкелю позволяет расширить метод для определения до 14 моно- и дивалентных элементов, для анализа требуется обычная калибровка.

Спектроскопические буферы для плазменной ААС

Обозначение	Количество	Каталожный No.
Буферный раствор по Шукнехту и Шинкелю: хлорид цезия-нитрат алюминия (содержит 50 г/л CsCl и 250 г/л Al(NO ₃) ₃)	1 л	1.02037.1000
Буферный раствор по Шинкелю: хлорид цезия-хлорид лантана буферный раствор по Шинкелю (содержит 100 г/л La и 10 г/л CsCl)	1 л	1.16755.1000

Реагенты для электрохимии

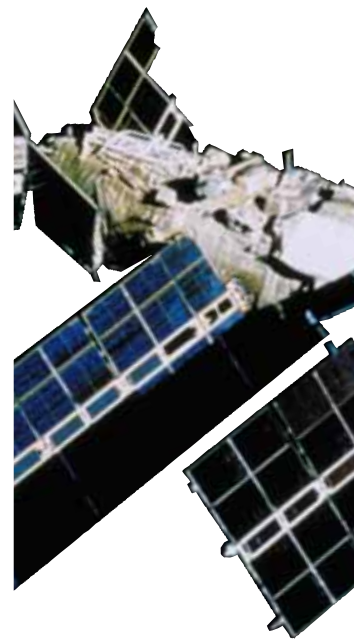
Вместе с растворами, предлагаемыми для заполнения электродов, ассортимент включает два TISAB (=буфер для калибровки общей ионной силы) раствора для работы с фторидными электродами.

Реагенты для электрохимии

Обозначение	Количество	Каталожный No.
Раствор хлорида калия 3 моль/л	250 мл	1.04817.0250
Раствор хлорида калия 3 мол/л насыщенный хлоридом серебра	100 мл	1.04818.0100
TISAB раствор, готовый к использованию	500 мл	1.15368.0500
TISAB III раствор, готовый к использованию	500 мл	1.16770.0500

Замечания по использованию Spectromelt® – Размельчение

	TISAB		TISAB III	
Калибровка	Стандартный раствор фторидов	50 мл	Стандартный раствор фторидов	90 мл
	TISAB раствор	50 мл	TISAB III раствор	10 мл
Аналитическая проба	Раствор TISAB	50 мл	Раствор TISAB III	10 мл



Для дополнительной информации:

ООО "Мерк"

125445 г. Москва ул. Смольная, дом 24, корп. Д

Тел: 495 935 70 46, Факс: 495 935 70 44

E-mail: office@merck.ru

www.merck-chemicals.ru

Это же актуально в отношении всех прав третьих сторон. Наша информация и рекомендации не освобождают клиентов от их собственной ответственности по проверке пригодности наших продуктов для предусмотренных целей.