

新技术在国产原子吸收光谱仪器上的应用

韩洪光 刘体生

(北京市海淀区清华东路 17 号 79 信箱 北京 100083)

摘 要 我国原子吸收光谱仪已有 30 多年生产历史,在自动化程度等方面和国外还存在着不少差距,但到目前为止,共产销了近两台,在国内产销量一直是上升势头,是何原因?本文介绍了石墨炉横向加热,石墨炉功率控温等新技术在国产原子吸收光谱仪上的应用。

关键词 原子吸收光谱仪;新技术;横向加热;功率控温

中图分类号: TH744 · 12⁺5

2000 年由中国分析测试协会发起,得到国内外生产原子吸收分光光度计的厂家、公司积极响应。庆祝中国原子吸收分光光度计仪器商品上市三十周年。为此《现代科学仪器》杂志出版了纪念专辑。国内从事原子吸收分光光度计使用的专家、学者纷纷发表学术文章,回顾中国原子吸收分光光度计三十年来的发展历程,在科学研究中发挥的巨大作用,以表示祝贺。同时专家学者们的文章中也大发感慨,当时我国刚开始研制原子吸收分光光度计时,和国外产品上市的时间只差五、六年(指和国外 AAS 的差距)。可是科学技术当今飞速发展,新技术不断涌现的今天,同国内外仪器的差距不但没有缩小,反而加大了,甚至有的专家认为,少说也得落后 10~15 年。

我国的国产原子吸收分光光度计目前情况如何呢?由于我国国民经济不断高速发展,人民生活逐年提高,科研成果不断创新和涌现,原子吸收分光光度计是一种用途十分广泛的通用性分析仪器,又有比较客观的利润,在市场上三十多年来的销售长盛不衰,制造技术在国内已经基本过关(指火焰法)。生产原子吸收分光光度计的企业、公

司,由原来的五六家,迅速发展到今天的十五六家之多。不少新的生产企业和公司,生产的原子吸收分光光度计,只是老厂家生产的产品的重复,技术上没有创新和新意。但笔者认为:目前北京普析通用仪器公司生产的 TAS-986 系列原子吸收分光光度计、瀚时制作所生产的 CAAM-200 系列原子吸收分光光度计,东西电子研究所生产的 AAS-7000 系列原子吸收分光光度计等,都有了技术上的创新和设计上的新意,代表了国产原子吸收分光光度计的先进水平。

1 石墨炉与火焰自动切换技术

北京普析通用仪器公司生产的 TAS-986 原子吸收分光光度计,采用了石墨炉原子化附件和火焰原子化附件的自动切换技术。即火焰分析改为石墨炉分析或者石墨炉分析改为火焰分析时,仪器都可以进行快速自动切换,不须再仔细精调,就能使分析过程处在最佳位置。不但非常方便,更能得到满意的分析结果。这就省去了在更换分析方法时,互相拆卸,重新安装,重新调整最佳位置的麻烦。

2 石墨管的横向加热技术

TAS-986 原子吸收分光光度计,不但使用了先进的气动锁紧和打开石墨炉,确保石墨炉和石墨管接触良好,而且更换非常方便,北京普析通用仪器有限责任公司,是国内唯一一家在石墨炉分析中,采用横向加热技术的生产厂家(国外也只有为数不多的几家)。横向加热技术可以显著改善石墨炉分析方法的性能,并能提高分析系统的效率。

横向加热石墨炉是指在石墨管的长度相垂直的方向加热,它的明显优势是对复杂基体样品的痕量和超痕量分析特别适合。横向加热石墨管,使得沿光束方向石墨管的温度均匀一致,可显著地降低基体效应和记忆效应,且加热的均匀性非常好,恒温区大幅度扩大,提高了仪器分析的精密度,和分析样品的精度,对基体复杂的样品抗干扰能力大大加强。同时也可以清除有些元素易于和石墨炉结合形成碳化物造成信号的拖尾峰,并避免纵向加热石墨管引的诸如灵敏度的损失,污染干扰等现象。

较低的加热温度是横向加热石墨管的又一大优势,横向加热石墨管所需要的原子化温度要比纵向加热石墨低几百度。

由于加热温度的降低、温度梯度大幅度变小,这样既节省了能源,又显著提高了石墨管的寿命,且降低了炉体的设计要求,对有些难熔元素,如钒和钼的试变得简单容易,两种石墨的加热温度比较见表 1。

表 1 加热温度比较表

元素	纵向加热原子化温度/℃	横向加热原子化温度/℃	温度/℃
钨	1500	1150	350
钼	2400	1600	800
钼	2790	2500	200
镍	2400	2250	150
铅	2000	1250	750
钒	2700	2500	200

由于采用了横向加热技术,使石墨管受热非常均匀温度梯度降低,使分析测试中的背

景吸收大大减这对仪器扣背景带来极大的好处和方便。

3 石墨炉功率控温新技术

石墨管使用过程是一个消耗过程,它的电阻值会随着使用次数的增加而增加,采用传统的恒定电流加热石墨管的方式会使温度越来越高。如果不进行调整持续使用,干燥过程会出现暴沸,灰化阶段会因为温度高于设置温度出现样品损失。

如果采用不断改变分析参数去适应石墨管参数的变化,对用户来说都是一项非常困难的工作。据介绍,有的国外仪器厂家采用动态检测石墨管参数,动态补偿加热功率的方法来适应石墨管参数的变化。北京普析通用仪器公司在充分吸取各仪器厂家加热方式的优点后,首先提出并实现了石墨管功率控温。即恒定功率加热方式,同时动态控制石墨管两端的电压和电流,而电流和电压的乘积即功率保持不变,完全避免与石墨管参数有关的控制。经过测试北京普析通用仪器有限公司 TAS-986 原子吸收分光光度计石墨管(连续测试 500 次),温度控制的准确度达到 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 的范围内。这对提高分析测试的精密度十分有利。

4 仪器的自动化技术

北京普析通用仪器公司生产的 TAS-986 原子吸收分光光度计的主机只有一个电源开关,其它的控制全部用计算机来完成,如自动选择元素灯的最佳位置;测试时的最佳灯电流;自动寻峰找测定波长;自动选择火焰的高低和前后位置;自动点火;自动选择狭缝的宽度;自动选择分析所用的各种最佳条件。

由计算机自动控制的石墨炉保护系统,内、外气流完全独立,并且可以分别控制加热过程的每一个阶段的内气流量,自动控制气动式紧锁和打开石墨炉,确保石墨管接触良好。而且更换十分方便。

5 完善的气路安全保护技术

原子吸收分光光度计气路安全非常重要，因为它使用的燃烧气体是乙炔气，有时分析高温元素还使用笑气，不少生产仪器的厂家在这方面注意不够，设计上存在缺陷，导致仪器发生回火，甚至爆炸。

普析通用仪器公司生产的原子吸收分光光度计采用了严密的气路保护措施，以保证仪器的使用安全。这些保护措施包括：**1) 火焰监视器**: 用传感器随时监视火焰的变化。当由于意外原因导致仪器熄火时，仪器会自动切断乙炔气体，并提示报警；**2) 异常压力监视器**: 空气压力监视器随时监视压力变化，出现异常情况时，自动切断乙炔气体，安全熄火；**3) 氢气压力监视器**: 保证石墨管在没有氢气保护的情况下，不得通电；**4) 冷却水测量监视器**: 只有冷却水流量足以保证冷却石墨炉体时，石墨炉电源才能升温加热；**5) 石墨管意外瞬时断裂保护监视器**: 当石墨管意外断裂时，仪器会自动切断加热电源，并报警显示；**6) 乙炔微漏监视器**: 微漏监视器随时监视乙炔的流量情况，若乙炔有微漏现象，当积到一定量时就会报警，但报警点不会造成回火甚至更严重的问题。

6 可容纳八只灯的旋转灯塔

原子吸收分光光度计能测试诸多元素，具体到每个单位所需分析测试的元素有限，每个单位所测试的元素也不一样，普析通用仪器有限公司生产的原子吸收分光光度计设计的旋转灯架可容纳八只元素灯，同时可选八个分析元素，自动调入优化的工作参数及分析条件，并可以人工输入仪器分析工作者自己积累的最佳分析条件及工作参数，控制仪器自动完成设置。

7 独特的单色器机械结构设计

就目前为止，国内其它厂家原子吸收分光光度计



单色器的机械设计，都把正弦机构放到了单色器的里边，这就不利于单色器内光栅及光学零件的保护。正弦机构的传动部分涂了不少的润滑油脂，这些油脂易挥发，很容易使光栅和光学零件受污染，长此下去使光栅的分辨率下降，使光学零件的反射率降低。正弦机构放到单色器的里边，同时也不利于单色器的密封，容易进潮气，这就容易使光栅、光学零件受潮发霉，同样会使光栅的分辨率下降，使光学零件的反射率降低。这在南方多潮的地方，对仪器的使用更加不利。

普析通用仪器公司的原子吸收分光光度计解决了这个问题。通过机械结构的设计，把正弦机构放到了单色器的外面。

8 主机、石墨炉电源一体化设计技术

国外有的公司生产的原子吸收分光光度计，把石墨炉电源放到了主机里面，实现了一体化的设计。这种一体化的设计给分析工作者带来极大的使用方便。东西电子研究所生产的 aA-3000 系列原子吸收分光光度计，也实现了一体化设计，这不但是设计上的重大突破，也说明了他们解决了不少技术问题。同时解决了不少厂家生产的仪器，因主机 220V 电源，石墨炉电源 380V，给用户在实验室布置带来不便。

9 仪器的多功能技术

原子吸收分光光度计的应用领域有:环境保护、卫生防疫、自来水公司、医疗卫生、污水处理、食品检验等单位。这些单位都要分析 Pb, Fe, As, Se, Sb, Te, Bi, Ge, Sn 等元素。瀚时制作所把氢化物发生器和原子吸收主机一体化设计，给用户分析上述元素提供了极大的方便。

10 原子吸收其它技术

北京瀚时制作所生产的 CRAM-200 系列原子吸收分光光度计，用自行研制生产的 WM-201 型 FAAS 稳流脉冲自动微量进样器(5—200 μ L)(气动)可在只取 40 μ L 全血的情况下进行 Cu, Mn, Fe, Ca 五元素的全分析。可配置石英缝管,用空气—乙炔火焰吸光值增加 5—10 倍的元素有: Bi, Zn, Pb, Sb, In, Ti, Cu, Mn, Au, Ca 等,十一种元素。

11 掺氧乙炔—火焰技术

北京瑞利分析仪器公司生产的 WFX-110 系列原子吸收分光光度计具有掺氧空气—乙炔火焰原子化系统(发明专利号:92101560.7),火焰温度 2300—2950℃连续可调。可取代从 0—q 琇火焰分析高温元素,且更加方便、安全。分析稀土元素 La, Eu, Yb;高温难熔元素 W, Ti, Al, V, Ba;一般元素 Sr, Ca;结果比 $N_2O-C_2H_2$ 高一倍以上。见表 2

表 2 掺氧空气-乙炔火焰比 $N_2O-C_2H_2$ 火焰分析比较

元素	波长(nm)	特征浓度 $\mu g/ml$	
		掺氧空气-乙炔火焰	$N_2O-C_2H_2$ 火焰
Al	309.3	0.48	0.63
Ba	553.5	0.12	0.25
Ca	422.7	0.017	0.02
V	318.3	0.65	1.0
W	235.1	2.7	8.0

使用掺氧空气—乙炔火焰比 $N_2O-C_2H_2$ 火焰具有以下优点:1)避免了使用 $N_2O-C_2H_2$ 火焰产生氰分子(CN)有害气体,污染环境的弊病;2)氧气气源易得,而 $N_2O-C_2H_2$ 气源中小城市很难得到;3)掺氧空气—乙炔火焰温度可调, $N_2O-C_2H_2$ 火焰温度不可调,掺氧空气—乙炔火焰操作简单方便,费用低。随着应用技术的推广将不断显示其优越性,推动分析技术的发展。

笔者于 2001 年在北京陪同客人参加了 BCEIA 展览会详细考察了国内外原子吸收分光光度计的展品,并仔细询问了新技术在国产原子吸收分光光度计上的应用情况。也同仪器的设计者和化学

分析工作者进行了交流。上述几家公司生产的原子吸收分光光度计，采用了不少新技术，且有独到之处。是可喜可贺的。我们看到了国产仪器发展的新希望。

在本文的写作、整理过程中得到了黄征、黄娟同志的大力支持，在此表示感谢！

参考文献

- [1]二十世纪原子吸收光谱分析的辉煌时代，普析通用，2000,12:P24
 - [2] TAS-986 原子吸收分光光度计，普析通用，1999.7 P2
 - [3]程志臣等五位同志.横向加热石墨管原子化性能研究，普析通用，2002,P18
 - [4]刘鹏年.wFX-100 系列原子吸收分光光度计，光谱仪器与分析，2001,(2):21
 - [5]原子吸收光谱仪及其特殊应用技术，现代科学仪器，2001,(3):64
 - [6]东西电子所技术资料
 - [7]瀚时制作所技术资料
 - [8] TAS-986 原子吸收光谱仪说明书
 - [9]何华望等三同志.石墨炉原子吸收光谱分析仪器技术的现状与发展，光谱仪器与分析，1997,(1):6
 - [10]章贻学等.中国原子吸收光谱仪器的发展，现代科学仪器，2000，增刊，6—9
- 本文作者：韩洪光 刘体生