

## 横向加热石墨管原子化性能的研究

**摘 要** 研究了七种代表元素在国家地质实验测试中心研制的 YY2 型横向加热石墨管中的原子吸收曲线轮廓, 并与美国 PE 公司横向加热石墨管 (THGA 管) 作了比较。考察了七种元素在两种石墨管中的灵敏度、精密度、准确度。实验表明用国产 YY2 型横向加热石墨管替代 PE 公司 THGA 石墨管是完全可行的。

**关键词** 石墨炉原子吸收光谱 横向加热石墨管 原子化性能

---

### 1 引言

作者在以往研究的基础上[1][2], 探讨了横向加热石墨炉原子化器的性能指标。横向加热与纵向塞曼(THGA/ZL)相结合是美国 PE 公司九十年代原子光谱分析技术的最重大发展。其横向加热石墨炉原子化器(THGA)从根本上提供了时间与空间等温的理想环境。迄今, PE 公司推出的此类仪器主要有: 4100ZL、5100ZL、SIMAA6000、专家 800 等。北京普析通用仪器公司设计的 TAS-986 型原子吸收分光光度计是国内唯一使用横向加热的石墨炉, 事实证明横向加热 YY2 型石墨炉(带平台)已用于 TAS-986 仪器效果良好。这类仪器的原子化器的“石墨管”采取独特的

“十”字形结构, 性能空前改善。作为一个关键而又易耗部件, 它的昂贵又限制了正常的推广使用。本着进口仪器配件国产配套的目的, 笔者考察了国家地质实验测试中心陈友祯教授研制的 YY2 型横向加热 (ZL) 石墨管, 并与 PE 公司的 THGA 管作了比较, 结果表明 YY2 型横向加热石墨管的性能基本上能与 PE 公司的相媲美, 某些方面还稍优于 PE 石墨管, 完全可以替代进口 PE 石墨管。

### 2 实验部分

#### 2.1 仪器及试剂

美国 PE 公司的 5100ZL 原子吸收光谱仪; 带 PE 软件的工作站; AS-70 自动进样器; OKIDATA320 打印机; Pb、Cd、Cr、V、Cu、Mn 的空心阴极灯; As 无极放电灯; 无极放电灯电源 EDL SYSTEM2; PE 横向加热石墨管 (用 PE Tube 表示); 国家地质实验测试中心 YY2 型横向加热石墨管 (用 YY2 Tube 表示)。

Pb、Cd、Cr、V、Cu、As、Mn 的标准贮备液, 均为 1.000g/L, 根据需要配制成使用溶液, 均保持 1% $\text{HNO}_3$  (v/v) 酸度; 浓硝酸和硝酸镁均为优级纯,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  配成 10.0g/l 溶液备用; 水: 三次去离子水, 电阻 18 兆欧以上; 氩气: 99.999%纯度。

#### 2.2 仪器的工作条件

灯电流: Pb: 10mA; Cd: 6mA; As: EDL 290mA, 加调制方式; Cu: 15mA; Mn: 20mA; Cr: 25mA; V: 40mA; 通带 Mn 为 0.2nm Low, 其余为 0.7nm Low; V 读数时间延迟 0.5s; 积分方式: 峰面积; 其它条件见表 1。

## 2.3 实验操作

各元素的标准使用液浓度分别为: Pb, 100  $\mu\text{g/l}$ ; As, 100  $\mu\text{g/l}$ ; Cd, 5  $\mu\text{g/l}$ ; Cu, 50  $\mu\text{g/l}$ ; Mn, 10  $\mu\text{g/l}$ ; Cr, 25  $\mu\text{g/l}$ ; V, 100  $\mu\text{g/l}$ 。分别用 PE Tube 和 YY2 Tube 测试, 由 As-70 自动进样器进样, 进样量统一为 20  $\mu\text{l}$ , 基体改进剂  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  加入量分别为 Pb: 5  $\mu\text{l}$ ; As: 5  $\mu\text{l}$ ; Mn: 5  $\mu\text{l}$ , 其它不加。由仪器工作站自动存贮峰形及数据, 之后备用。

## 3 结果与讨论

### 3.1 YY2 Tube 和 PE Tube 的灵敏度比较

用 GFAAS 测试时, 常以 1% 吸收时该元素的特征质量  $m_0$  来表示测量灵敏度, 在对 YY2 Tube 和 PE Tube 的温度程序优化后, 笔者分别考察了低温元素 Pb、Cd; 中温元素 As、Cu、Mn; 中高温元素 Cr 和高温元素 V, 其特征质量  $m_0$  见表 2。

### 3.2 YY2 Tube 和 PE Tube 的精密度、准确度比较

在各元素的最佳程序温度下, 分别用 YY2 Tube 和 PE Tube 各测试 11 次, 得出石墨管对应各元素的相对标准偏差, 然后用各元素的单一标液作工作曲线, 并测试三次回收率, 结果如表 3 所示。

YY2 Tube 和 PE Tube 用的都是热解石墨, 热解石墨形成六角晶系定向排列, 构成大片覆盖在整个石墨表面, 减少活性碳格点数, 有效减少了溶液或原子蒸气的表面渗透。PE 公司 Welz 等人曾用扫描电镜详细观测和研究各种材料石墨管在原子化过程表面的变化[4]。YY2 Tube 的精密度、灵敏度、准确度都不亚于 PE Tube, 说明 YY2 Tube 的热解石墨性能是值得信赖的。

### 3.3 YY2 Tube 和 PE Tube 的使用寿命

用中温元素 Mn 作测试标准, 在各自程序温度下, 对 YY2 Tube 和 PE Tube 分别加热, 每次进样为浓度 10  $\mu\text{g/l}$  的 Mn 标液 20  $\mu\text{l}$ , 一直烧到管子用坏为止, YY2 Tube 加热次数为 800 次以上, PE Tube 约为 380 次左右。溶液酸度太大也减少使用寿命, PE 公司推荐多数使用 0.2% 的酸度, 笔者使用的是 1% 的  $\text{HNO}_3$  介质。

YY2 Tube 较 PE Tube 使用寿命长的主要原因在于两种管子的基体石墨基本相同, 而 YY2 Tube 热解石墨涂层稍厚于 PE Tube, YY2 Tube 平均质量为 2.8804g, PE Tube 为 2.6177g, 且 YY2 Tube 的 L'vov 平台用的是全热解石墨, 不易损坏。

### 3.4 两种石墨管中各元素的吸收曲线轮廓

图 1 为在 YY2 Tube 和 PE Tube 中, Pb、Cd、As、Cu、Mn、Cr、V 在各自程序温度下的原子吸收曲线轮廓。

实验表明, 原子化程度无论难易, 采用峰面积积分, YY2 Tube 的灵敏度都稍强于 PE Tube, 精度也符合要求, 曲线轮廓也较理想。只是中高温元素 Cr、V 这类难于原子化的元素, 其峰形没有在 PE Tube 中尖锐, 如图 1 (6)、(7) 所示。笔者认为这主要由于 YY2 Tube 的电阻稍低于 PE Tube, 在用最大功率加热时, 其升温速率稍欠于 PE Tube, 但由于其热解涂层厚而致密, 吸收峰也能较快的回到基线, 面积吸光度还高于在 PE Tube 中。

## 4 结论

相比 PE Tube 而言，YY2 Tube 的原子化性能都很理想，说明其质量可靠，技术已趋成熟。只是中高温元素吸收峰没有在 PE Tube 中尖锐。但用 GFAAS 测试时，基本上都采用峰面积积分，所以并不影响其测试性能，且从其寿命及价格上又有很大的使用价值，一支 PE Tube 比 YY2 Tube 贵 4~5 倍，YY2 Tube 的寿命是 PE Tube 的 2 倍多。因此，笔者认为在许多场合下，用 YY2 Tube 替代 PE Tube 是完全可行的。