

# Z2000 石墨炉原子吸收法测定微金升温程序研究

赵正鹏<sup>1</sup>, 张亚峰<sup>2</sup>, 何仔文<sup>2</sup>

(1 中国人民武装警察部队黄金第七支队, 山东 烟台 264000; 2 中国人民武装警察部队黄金第九支队, 海南 海口 571928)

**摘要** 本实验利用聚醚型泡沫塑料吸附微量金, 采用斜坡升温方法对升温程序的干燥、灰化、原子化、净化温度及时间进行了选择。通过条件实验得到 Z2000 石墨炉原子吸收法测定微量金最佳升温程序, 该方法检出限较低, 对标准样品测定结果与理论值相关性较好。

**关键词** 地质学; 微量金; 原子吸收; 升温程序; Z2000 石墨炉

石墨炉原子吸收光谱法以测定检出限低、精密度高、分析速度快等特点, 已广泛用于各类地质样品中微量金的测定(罗德荣等, 1980; 罗方若, 1987; 李淑兰等, 1987; 熊昭春, 1992)。利用厂家推荐的升温程序, 使用 Z2000 石墨炉原子吸收分光光度计测定大量地质样品中微量金, 导致金空心阴极灯和石墨管的使用寿命较短, 工作效率较低。因此, 作者在实验的基础上, 对仪器的升温程序进行优化研究, 降低消耗, 提高工作效率。

## 1 实验仪器与试剂

### 1.1 实验仪器

本实验仪器为日立 Z2000 石墨炉原子吸收分光光度计、热解石墨管和金空心阴极灯。仪器工作条件: 波长 242.8 nm, 狭缝 1.3 nm, 峰高计算方式, 灯电流 5 mA, 样品注射体积 20  $\mu$ L, 斜坡升温。

### 1.2 实验试剂

金标准储备液为 10  $\mu$ g/mL; 实验所用盐酸、硝酸、三氯化铁、硫脲等均为分析纯; 水为蒸馏水。

## 2 结果与讨论

### 2.1 干燥、灰化、原子化、净化温度的选择

以 10  $\mu$ g/mL 金标准储备液, 配制 4 ng/mL 金标准溶液, 固定其他测定条件, 考察不同干燥温度、灰化温度、原子化温度、净化温度对吸光度值的影响。实验测定结果见表 1~表 4。

如表 1 所示, 干燥温度过高或过低都会使吸光度下降, 当干燥温度在 110~115 $^{\circ}$ C 时吸光度值达到最大值。当干燥温度过低时, 样品干燥不完全, 造成样品损失; 当干燥温度过高时, 可能会引起样品飞溅, 同样会损失样品。通过实验结果, 选择干燥开始温度为 110 $^{\circ}$ C, 结束温度为 115 $^{\circ}$ C。

由表 2 可知, 当灰化温度在 300 $^{\circ}$ C 时, 温度太低以致样品灰化不完全, 从而使吸光度值偏低; 当灰化温度过高时, 可能在去除基体元素的同时去除了待测金元素, 同样降低了吸光度值。当灰化温度为 400 $^{\circ}$ C 时, 吸光度值最大, 此时效果最佳。

表 3 为原子化温度与吸光度值的关系表。由表可以看出,当原子化温度从 1 800℃到 2 300℃时,随着温度的升高,吸光度值不断增大,在 2 300℃时吸光度值达到最大,当温度超过 2 300℃时吸光度值出现波动,基于实验结果和石墨管使用寿命的考虑,最终选择原子化温度为 2 300℃。

表 4 是净化温度与吸光度值关系表。由表看出,净化温度对吸光度值的影响不明显,在 2 500℃时效果较好,因此选择净化温度为 2 500℃。

表 1 干燥温度与吸光度值关系表

起始温度/℃	结束温度/℃	吸光度			平均值
		第一次	第二次	第三次	
80	90	0.0166	0.0179	0.0169	0.0171
90	100	0.0177	0.0186	0.0190	0.0184
100	110	0.0200	0.0196	0.0200	0.0199
110	115	0.0228	0.0237	0.0250	0.0238
115	120	0.0225	0.0235	0.0240	0.0233
120	130	0.0231	0.0229	0.0226	0.0229
130	140	0.0204	0.0235	0.0214	0.0218

表 2 灰化温度与吸光度值关系表

温度/℃	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
300	0.0233	0.0228	0.0236	0.0232
400	0.0261	0.0256	0.0253	0.0257
450	0.0248	0.0247	0.0247	0.0247
500	0.0241	0.0248	0.0242	0.0244

表 3 原子化温度与吸光度值关系表

温度/℃	3 次测量吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
1800	0.0229	0.0237	0.0257	0.0241
1900	0.0262	0.0248	0.0239	0.0250
2000	0.0251	0.0250	0.0254	0.0252
2100	0.0250	0.0255	0.0254	0.0253
2200	0.0258	0.0259	0.0251	0.0256
2300	0.0256	0.0259	0.0262	0.0259
2400	0.0254	0.0256	0.0249	0.0253
2500	0.0261	0.0253	0.0255	0.0256

表 4 净化温度与吸光度值关系表

温度/℃	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
2400	0.0228	0.0225	0.0219	0.0224
2500	0.0224	0.0231	0.0226	0.0227
2600	0.0228	0.0216	0.0227	0.0224
2700	0.0217	0.0229	0.0222	0.0223

## 2.2 干燥、灰化、原子化、净化时间的选择

以 10  $\mu\text{g/mL}$  金标准储备液, 配制 4  $\text{ng/mL}$  金标准溶液, 固定其他测定条件, 考察不同干燥时间、灰化时间、原子化时间、净化时间对吸光度值的影响。实验测定结果见表 5~表 9。

表 5 是干燥斜坡升温时间与吸光度值关系表。由表可以看出, 当升温时间为 15 s 时吸光度值最大, 因此选择干燥斜坡升温时间为 15 s。

表 6 为干燥保持时间与吸光度值关系表。由表可以看出, 当保持时间为 2 s 时效果最佳, 因此选择干燥保持时间为 2 s。

表 7 是灰化时间与吸光度值关系表。从中可看出, 灰化时间从 10 s 到 20 s 时吸光度值逐渐增大, 当大于 20 s 时吸光度值基本保持稳定, 本实验选择灰化时间为 20 s。

表 8 为原子化时间与吸光度值关系表。由表看出, 当原子化时间为 5 s 时吸光度值最大, 故选择原子化时间为 5 s。

表 9 是净化温度与吸光度值关系表。2 s 到 4 s 时吸光度值随着时间的增长而逐渐增大, 当时间超过 4 s 时吸光度值变化不大, 为缩短实验周期, 选择净化时间为 4 s。

表 5 干燥斜坡时间与吸光度值关系表

时间/s	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
10	0.0221	0.0218	0.0222	0.0220
15	0.0230	0.0221	0.0235	0.0229
20	0.0223	0.0228	0.0222	0.0224
25	0.0220	0.0230	0.0218	0.0223

表 6 干燥保持时间与吸光度值关系表

时间/s	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
0	0.0208	0.0195	0.0199	0.0201
2	0.0232	0.0227	0.0226	0.0228
4	0.0225	0.0222	0.0222	0.0223
6	0.0224	0.0223	0.0224	0.0223

表 7 灰化时间与吸光度值关系表

时间/s	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
10	0.0243	0.0255	0.0249	0.0249
15	0.0252	0.0265	0.0262	0.026
20	0.0269	0.027	0.0266	0.0268
25	0.0265	0.0262	0.0268	0.0265
30	0.0262	0.0259	0.0267	0.0263

表 8 原子化时间与吸光度值关系表

时间/s	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
2	0.0189	0.0182	0.0173	0.0181
3	0.0190	0.0196	0.0184	0.0190
5	0.0188	0.0193	0.0191	0.0191

表 9 净化保持时间与吸光度值关系表

时间/s	吸光度			平均值
	第一次	第二次	第三次	
2	0.0241	0.0245	0.0244	0.0243
3	0.0248	0.0254	0.0251	0.0251
4	0.0256	0.0265	0.0259	0.0260
5	0.0258	0.0259	0.0261	0.0259
6	0.0255	0.0265	0.0262	0.0261

### 2.3 方法检出限

用 0、0.1、0.2 ng/mL 金标准溶液制作标准工作曲线,再用空白溶液作为样品测定 12 次,计算检出限。实验结果见表 10。

由表可以看出,标准偏差 $SD=0.013\times 10^{-9}$ 。检出限以 3 倍标准偏差计算(朱明华,2000),得出检出限为 $0.039\times 10^{-9}$ 。

表 10 空白样品测定结果

测量值/ng·mL <sup>-1</sup>				平均值/ng·mL <sup>-1</sup>	标准偏差/ $10^{-9}$
0.14	0.12	0.13	0.13	0.13	0.013
0.14	0.16	0.14	0.12		
0.11	0.13	0.13	0.12		

### 2.4 方法精密度

选择 GAu-9、GAu-10、GAu-12 为待测样品分别称取 6 份,利用实验所得最佳升温程序测定含量,计算方法精密度(RSD)。实验所得结果见表 11。由表可知,该方法利用实验所得升温程序测得的数据具有较好的精密度。

表 11 方法精密度测定结果

样品号	测量值/ng·mL <sup>-1</sup>			平均值/ng·mL <sup>-1</sup>	RSD/%
GAu-9	1.55	1.53	1.63	1.60	3.07
GAu-9	1.61	1.66	1.59		
GAu-10	5.05	5.15	5.20	5.12	1.10
GAu-10	5.06	5.13	5.11		
GAu-12	21.46	22.14	20.36	21.31	2.89
GAu-12	21.39	21.62	20.88		

## 2.5 最佳升温程序

实验所得日立 Z2000 石墨炉原子吸收分光光度计测定微量金的最佳升温程序如表 12 所示。

表 12 最佳升温程序

升温阶段	温度/℃	时间/s
干燥起始	110	
干燥结束	115	15
灰化	400	20
原子化	2300	5
净化	2500	4

## 3 结 论

表 13 为优化前后升温程序比较表。由表看出, Z2000 石墨炉原子吸收分光光度计测定微量金升温程序优化后温度比优化前都有所降低, 从而降低了消耗, 延长了仪器使用寿命; 优化后测定时间比优化前都有所减少, 从而节约了时间, 缩短了化验周期, 提高了工作效率, 达到了本实验目的。

应用该升温程序测定标准样品稳定性较高, 与理论值相关性较好, 方法检出限为  $0.039 \times 10^{-9}$ 。

表 13 优化前后升温程序比较

升温阶段	温度/℃		时间/s	
	优化前	优化后	优化前	优化后
干燥	$t_{\text{起始}}=80; t_{\text{结束}}=140$	$t_{\text{起始}}=110; t_{\text{结束}}=115$	40	15
灰化	500	400	30	20
原子化	2400	2300	5	5
净化	2700	2500	8	4

## 参 考 文 献

- 罗德荣, 周 玲, 杜建军, 等. 1980. 泡沫塑料吸附硫脲解脱原子吸收测定金[J]. 分析化学, 8 (1): 77-79.
- 罗方若. 1987. L'vov平台石墨炉AAS测定水系沉淀物中超痕量金[J]. 分析化学, 15 (6): 576.
- 李淑兰, 王仁寿. 1987. 石墨炉无火焰原子吸收法测定矿石中ppb级痕量金[J]. 黄金, 8 (6): 58-60.
- 熊昭春. 1992. 泡塑吸附技术研究及其在化学分析中的应用[M]. 北京: 地质出版社. 56-69.
- 朱明华. 2000. 仪器分析(第三版)[M]. 北京: 高等教育出版社. 260-261.