

原子吸收石墨炉快速程序测定痕量金

袁 园^①

西北有色地质研究所 西安 710054

摘要 制定了石墨炉快速测定 Au 的程序。通过快速干燥,省去灰化步骤或缩短灰化时间,使测定程序从常规法所需的 79s 缩短至 18s(PE-3030)或 25s(PE-603)。测定时间由 2min 降为 1min,测定速度提高了一倍,并得到相似的准确度及精密性。

关键词 石墨炉原子吸收(GFAAS) 快速程序 地质样品 金

石墨炉原子吸收测定中,需要有干燥、灰化、原子化、清洗、石墨炉冷却等步骤,故测定所需时间长。Halls^[1,2]提出快速干燥,省去灰化步骤,缩短测定时间。另外,适当地限制进样体积,将样品加在已预热的石墨管内,也是缩短测定时间的途径。快速程序一般进样体积在 10~20 μ l。

泡沫塑料分离富集痕量 Au 石墨炉测定的方法是目前国内化探找 Au 应用较广泛的方法。石墨炉测 Au 的介质为 1% 硫脲溶液,而且,为降低测定下限,进样体积需要 50 μ l。常规法测 Au 仅干燥和灰化所需的时间就大于 1min。化探找金,所需数据量极大。因此,研究石墨炉测 Au 的快速程序是非常有意义的。

本文研究了石墨炉测 Au 每一步骤所需的时间,快速干燥和省去灰化步骤或缩短灰化时间对测定灵敏度及精度的影响并与常规法的灵敏度及精度做了比较。制定出了快速测定痕量 Au 的程序。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

美国 PE-3030 型塞曼原子吸收光谱仪, HGA 600 型石墨炉, AS 60 型自动加液器;

PE-603 型原子吸收光谱仪, HGA 500 型石墨炉, AS 1 型自动加液器, 056 记录仪, 康氏振荡器; 热解涂层石墨管。

聚醚型泡沫塑料: 将泡塑剪去边皮, 剪成 3cm $\times$ 1.8cm $\times$ 0.4cm 小块。

解脱液: 1g 硫脲溶于 100ml 水中, 用时加 1ml HCl。

Au 工作溶液: 1 μ g/ml, 用 10% HCl 逐级稀释 1mg/ml Au 标准储备溶液制得。

1.2 工作条件

仪器的工作条件为: 波长 242.8nm, 灯电流 10 mA, 狭缝 0.7nm, 取样体积 50 μ l, 测定方式 PE-3030 为峰面积, PE-603 为峰高。

石墨炉程序参见表 1 和表 2。

1.3 试验方法

在 200ml 三角瓶内加 1+1 王水 15ml 后加入标准溶液, 再加入水 60ml, 摇匀。放入 1 块泡塑, 盖上胶塞, 摇几次后放振荡器上振荡 30min。取出泡塑, 在水中清洗去掉酸后用蒸馏水洗 3 遍, 用滤纸将水吸干。放入已盛有 5ml 1% 硫脲-1% HCl 溶液的比色管中, 置于沸水浴上保持 30min。趁热用大头玻璃棒多次挤压泡塑, 使解脱完全, 取出泡塑。解脱液在石墨炉原子吸收仪上测定。

^① 袁 园 女, 工程师, 主要从事原子吸收及原子荧光光谱分析工作。

表1 PE-3030 石墨炉程序

常规法程序 ^①					快速法程序				
步骤	温度(℃)	斜坡升温 时间(s)	保持时间 (s)	氢气流量 (ml/min)	步骤	温度(℃)	斜坡升温 时间(s)	保持时间 (s)	氢气流量 (ml/min)
干燥	100	5	35	300	干燥	500	1	1	300
灰化	750	15	15	300		140	1	3	300
原子化	2200	1	4	0	原子化	2200	5	4 ^①	0
清洗	2400	1	3	300	清洗	2400	1	2	300

①延迟读数为5s。

表2 PE-603 石墨炉程序

常规法程序					快速法程序				
步骤	温度(℃)	斜坡升温 时间(s)	保持时间 (s)	氢气流量 (ml/min)	步骤	温度(℃)	斜坡升温 时间(s)	保持时间 (s)	氢气流量 (ml/min)
干燥	100	5	35	300	干燥	500	1	1	300
灰化	750	15	15	300		140	1	3	300
原子化	2350	1	4	0	灰化	750	5	8	300
清洗	2400	1	3	300	原子化	1600	0	3	0
					清洗	2400	1	2	300

1.4 分析方法

称取10g样于瓷坩埚内,放入马弗炉从低温升至650℃灼烧,除去C、S及有机物,1h后取出,冷却。转入200ml三角瓶中,加1+1王水35ml,晃动瓶子使酸与样品充分接触,在电热板上加热至沸,保持微沸状态直至酸体积约为20ml时取下,冷却。加水50ml,摇匀。以下同试验方法。

2 结果与讨论

2.1 快速石墨炉程序

2.1.1 干燥步骤

Slavin等^[3]在没有预热功能的仪器上,采用加样后快速将炉温升至较高温度的步骤。这种类似于热注入的方法,可大大缩短干

燥时间。试验表明,快速升温最高可升至500℃,在500℃以上,可观察到溶液迸溅现象,且吸光度会大幅度下降。图1为快速升温至500℃后再降至干燥温度,吸光度随干燥温度升高的变化。

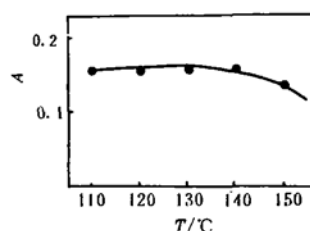


图1 吸光度随干燥温度的变化

从图1可看出,快速将炉温升至500℃后,干燥温度选在110~140℃皆可。而干燥

① 袁 园,田盛芳,郭小伟. 泡沫塑料分离富集痕量金无火焰原子吸收测定方法若干问题的研究. 微量元素方法汇编. 西北有色地质研究所,1988。

温度在 140℃ 所需干燥时间最短(图 2)。

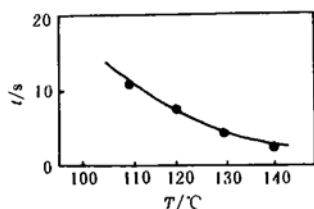


图 2 不同干燥温度所需的最少时间

2.1.2 灰化步骤

石墨炉测 Au 的溶液为 1% 硫脲-1% HCl 溶液,如省去灰化步骤,在原子化时有大量烟雾产生。PE-3030 仪器可采用峰面积测定,且有塞曼校正背景能力,还可延迟读数。所以,省去灰化步骤,仍能得到较好的结果。实测结果如图 3。

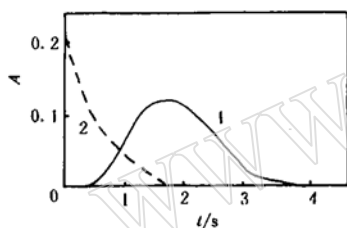


图 3 PE-3030 快速程序实测图

1—试样吸收曲线; 2—背景吸收曲线。

PE-603 仪器需用 056 记录仪记录峰值,且又不可延迟读数,烟雾抽不干净时会使记录仪出现乱峰,故不能省去灰化步骤。但灰化时间可缩短至 13s。当有强力抽取灰化烟雾的抽风条件时,灰化时间可望更短。

2.1.3 原子化步骤

最大功率升温可缩短原子化时间。试验表明,PE-603 用最大功率升温既能得到较高的峰值,又可减少原子化时间。但是 PE-3030 用最大功率升温峰面积反而降低,故 PE-3030 不选用最大功率升温。

2.2 常规法与快速法的比较

过去一般认为用石墨炉时只有缓慢干燥

才能得到较好的精度,而快速干燥就会有较差的精度。图 4 为 PE-603 实测图。方法比较的结果列于表 3、表 4。

表 3 常规法与快速法的比较

项目	50ng Au ^①		100ng Au ^①		200ng Au ^①	
	常规	快速	常规	快速	常规	快速
$\bar{A}(n=11)$	0.148	0.145	0.269	0.262	0.489	0.458
$s(\times 10^{-2})$	0.47	0.32	0.73	0.19	0.75	0.80
RSD%	3.2	2.2	2.7	0.7	1.5	1.7

① 均为 5ml 体积中含 Au 量。

表 4 标样分析结果 $w(\text{Au})/10^{-9}$

样品	常规法 ^①	快速法 ^①	原结果
G Au-5	3.3 ± 0.2	3.4 ± 0.2	3.3
G Au-1	10.2 ± 0.1	10.3 ± 0.3	13
G Au-4	33.1 ± 0.5	35.1 ± 0.9	36

① 测定次数均为 11。

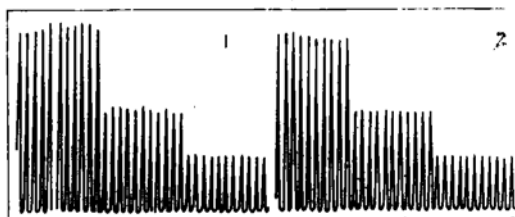


图 4 PE-603 实测图

1—常规法原始记录; 2—快速法原始记录。

(图中试样 Au 浓度: 10ng/ml、20ng/ml 和 40ng/ml)

2.3 节省分析时间

石墨炉快速程序,加快了测定速度。表 5 列出常规法与快速法相比节省的时间。

3 结语

原子吸收石墨炉快速程序测定痕量 Au 与常规法相比可得到相似的准确度与精度,但测定速度却提高了 1 倍。各种复杂样品,只要经过试验,优选条件,可普遍应用快速干

燥、省去灰化步骤或缩短灰化时间的方法。

表5 快速法和常规法耗时对比

仪器	进样及石墨炉 冷却时间(s)	程序时间(s)			测定时间(s)		
		常规法	快速法	节约时间	常规法	快速法	节约时间
PE-3030	49	79	18	61	128	67	61
PE-603	29	79	25	54	108	54	54

4 参考文献

- 1 Halls D J. Speeding up Determinations by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry. *Analyst*. 1984, 109(8):1081.
- 2 Halls D J. Application of Rapid Furnace Programmes in Atomic Absorption Spectrometry to the Determination of Lead, Chromium and Copper in Digests of Plant Ma-

terials. *Analyst*. 1987, 112(2):185.

- 3 Slavin W, Manning D C and Carnick G R. Fast Analysis with Zeeman Graphite Furnace-AAS. *Spectrochimica Acta*. 1989, 44B(12):1237.

〈收稿日期:1992-07-05,修回日期:1993-03-04〉

Determination of Trace Gold by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry with a Rapid Furnace Programme

Yuan Yuan

(Northwest Geological Research Institute of CNNC, Xi'an, 710054)

A rapid furnace programme for determining trace Au by GFAAS is presented. Programme times can be reduced from 79s to 18s (PE-3030) and 25s (PE-603) through rapid drying and ashing or eliminating the ashing step. The determination speed increases by a factor of 2 through the reduction of cycle times, and the results remain consistent.

Key words: rapid furnace programme, gold determination