

YY3 型横向加热平台石墨管结构性能的改进

程志臣¹ 聂同军¹ 陈友祚²

(1 中原石油化工有限责任公司 河南濮阳市 457000)

(2 国家地质实验测试中心 北京市 100037)

摘要 讨论了部分元素在 YY2 和 YY3 型横向加热平台石墨管中的原子化行为,考察了元素的灵敏度、精密度、准确度。实验表明,YY3 圆形横向加热平台石墨管的原子化性能比较优越,可以推广使用。

关键词 石墨炉原子吸收光谱分析 横向加热石墨管 原子吸收曲线

石墨炉原子吸收光谱法(GFAAS)的核心问题是原子化过程。它包括原子化器的结构、材质、升温过程特性及瞬间原子吸收信号和原子化机理等¹。传统上石墨管的加热方式为纵向加热,这种方式易产生化学干扰,记忆效应大,原子化效率低。横向加热石墨炉在 1990 年由美国 Perkin-Elmer(P-E)公司首先商品化,因其良好的分析性能,获得了快速的发展²。但其关键而又易耗部件—石墨管,价格昂贵,致使分析成本较高。陈友祚多年来一直从事石墨管的研制,其研制的 YY1、YY2 型横向加热石墨管³⁻⁴,性能优越,价格低廉。在此基础上,又研制了 YY3 圆形横向加热平台石墨管,使分析性能又上一个新台阶。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂 P-E5100ZL 原子吸收光谱仪,AS-70 自动进样器,铅、铜、钡、锰、镍、铬、钒的空心阴极灯,砷无极放电灯;无极放电灯电源为 EDLsystem2;国家地质实验测试中心 YY2 型横向加热平台石墨管(用 YY2 表示),YY3 方形横向加热平台石墨管(用 YY3□表示),YY3 圆形横向加热平台石墨管(用 YY3○表示)。

铅、铜、钡、砷、锰、镍、铬、钒的标准储备液,均为 $1.000\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$; 根据需要配制工作溶液,均保持 $0.16\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 酸度。

浓 HNO_3 和 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 均为优级纯试剂, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 溶液: $10\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。水为三次去离子水,电阻率 $18\text{M}\Omega$ 以上。氩气纯度:99.999%。

1.2 仪器的工作条件 灯电流:铅 10mA,铜 15mA,钡 30mA,镍 25mA,铬 25mA,钒 mA,砷 EDL 290mA,加调制方式:通带宽度:锰和镍为 0.2nm Low,其余

为 0.7nm Low;钒读数时间延迟 0.5s;积分方式为峰面积;石墨炉升温程序,干燥阶段两步: 110°C ,升温 1s、保持 20s, 130°C ,升温 1s,保持 10s;清除阶段均为 2400°C ,升温 1s,保持 2s。其它条件见表 1。

表 1 仪器的工作条件

| 元素 | λ/nm | 灰化阶段 | | | 原子化阶段 | | |
|----|---------------------|--------------------|-------------------------|-------------------------|--------------------|-------------------------|-------------------------|
| | | $T/^\circ\text{C}$ | $t_{\text{升}}/\text{s}$ | $t_{\text{保}}/\text{s}$ | $T/^\circ\text{C}$ | $t_{\text{升}}/\text{s}$ | $t_{\text{保}}/\text{s}$ |
| Pb | 283.3 | 700 | 10 | 20 | 1300 | 0 | 3 |
| Cu | 324.8 | 800 | 10 | 20 | 1900 | 0 | 5 |
| As | 193.7 | 1100 | 10 | 20 | 2200 | 0 | 3 |
| Mn | 279.5 | 1000 | 10 | 20 | 1900 | 0 | 3 |
| Pd | 247.6 | 900 | 10 | 20 | 2200 | 0 | 5 |
| Ni | 232.0 | 1100 | 10 | 20 | 2300 | 0 | 5 |
| Cr | 357.9 | 1400 | 10 | 20 | 2300 | 0 | 3 |
| V | 318.4 | 1400 | 10 | 20 | 2400 | 0 | 7 |

1.3 试验方法 各元素的标准工作溶液浓度分别为:铅、钡、钒为 $100\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,砷为 $50\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,铜、镍为 $25\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,锰、铬为 $10\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。分别用 YY2、YY3□和 YY3○横向加热石墨管测试,进样量为 $20\mu\text{L}$,基体改进剂 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 加入量铅、砷、锰为 $5\mu\text{L}$,铬为 $2\mu\text{L}$,其它测定元素不加。由仪器工作站自动存贮峰形及数据。

2 结果与讨论

2.1 灵敏度比较 用 GFAAS 方法测试时,常以 1% 吸收时该元素的特征质量 C.M (characteristic mass) 来表示测试灵敏度。本文测试了低温元素铅,中温元素铜、砷、锰、钡,中高温元素镍、铬和高温元素钒,其特征质量 C.M 见表 2。

2.2 精密度、准确度比较 在各元素的最佳程序温度下,分别用 YY2、YY3□和 YY3○横向加热石墨管测试各元素的标准工作溶液 11 次,计算使用不同石墨管测定各元素的相对标准偏差,结果如表 3 所示。

然后用各元素的单一标准工作溶液和基体改进剂及空白溶液,由自动进样器稀释成标准系列作工作曲线,在指定样品处作标准加入回收实验,各元素的加标回收率均在 98%~104%之间。

表 2 各元素的特征质量(m_0)比较

| 元素 | c.m(pg/0.0044A) | | |
|----|-----------------|------|------|
| | YY2 | YY3□ | YY3○ |
| Pb | 39.0 | 23.7 | 23.5 |
| Cu | 14.6 | 10.4 | 10.0 |
| As | 40.0 | 22.6 | 15.1 |
| Mn | 4.0 | 2.7 | 2.5 |
| Pd | 33.8 | 25.8 | 24.6 |
| Ni | 17.1 | 14.5 | 14.8 |
| Cr | 4.4 | 3.3 | 2.7 |
| V | 51.7 | / | 31.1 |

表 3 YY2 和 YY3□、YY3○的精密度的比较

| 元素 | RSD/% | | |
|----|-------|------|------|
| | YY2 | YY3□ | YY3○ |
| Pb | 2.28 | 2.16 | 1.91 |
| Cu | 2.74 | 2.03 | 2.04 |
| As | 1.97 | 1.92 | 1.64 |
| Mn | 1.81 | 1.92 | 1.80 |
| Pd | 2.20 | 2.12 | 2.14 |
| Ni | 2.82 | 2.86 | 2.11 |
| Cr | 3.11 | 2.74 | 2.36 |
| V | 4.77 | / | 3.89 |

YY3 型管的测试精密度的中低温元素来说与 YY2 管基本相当,而对中高温元素则有所提高。这既是由于 YY3 型管灵敏度较高所致,也与 YY3 型管基体石墨及涂层质量较好有关。

2.3 使用寿命 用中温元素 Mn 作测试标准,每次进样工作溶液 20 μ L,一直使用到石墨管损坏为止,YY2、YY3□和 YY3○石墨管加热次数均为 800 次左右。笔者观察到管两端及上壁易损坏。若样品中有机成分含量高,进样孔处易积炭,引起灵敏度下降,精度变差,寿命缩短。溶液酸度太大也减少使用寿命,本文使用的是 0.16mol L⁻¹的 HNO₃ 介质。

2.4 元素的吸收曲线轮廓 图 1 为在 YY2、YY3□和 YY3○石墨管中,Pb、As、Cu、Mn、Pd、Ni、Cr、V 在各自程序温度下的原子吸收曲线轮廓。

实验表明,所有元素用 YY3○管的峰面积均优于 YY2 和 YY3□,原子吸收曲线轮廓也较理想。同时,不同的元素,灵敏度提高的程度也不同。灵敏度提高的原因一是由于石墨管两端带环,延长了石墨管恒温区长度,基态原子在石墨管内停留时间变长,浓度增大;再者,YY3○管的电阻稍高,程序升温性能优于 YY3□和 YY2。YY3□虽然两端带环,也能有效提高测试灵敏度,但电阻低,测高温元素时,仪器需要功率大,若加热次数频繁,有些仪器的断

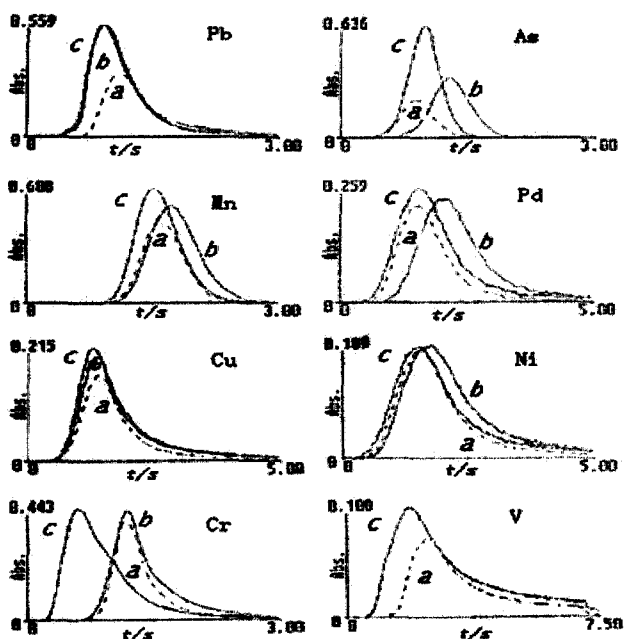


图 1 不同元素的原子吸收曲线轮廓
a—YY2管 b—YY3□管 c—YY3○管

电开关会跳闸。YY2 也会出现类似的情况。因此,笔者对高温元素,没有进行较多的 YY3□的试验。

3 结语

研制 YY 型横向加热石墨管的目的是在保证较高分析性能的前提下,大幅度降低分析成本。经过近几年的摸索实践,YY 型横向加热石墨管的技术亦日臻成熟。笔者认为,测试中低温元素,YY2 和 YY3□、YY3○石墨管没有任任何问题;测试高温元素,以 YY3○石墨管为妥。作者相信,在研制者和使用者的共同努力下,YY3 型横向加热石墨管一定会成为我国分析仪器领域民族产品的一只奇葩。

参考文献

- 1 马怡载,何华焜,杨啸涛.石墨炉原子吸收分光光度法 [M],北京:原子能出版社,1989,第 1、2 章
- 2 胡延吉.原子吸收光谱仪九十年代前半期的重大发展[J],PE 中国快讯,1997,(1):3
- 3 程志臣,杨志杰,陈友祎等.两种横向加热石墨管原子化性能的比较[J],岩矿测试.2001,20(3):220.
- 4 程志臣,杨志杰,陈友祎等.YY2 型横向加热石墨管原子化性能的研究,李东方主编.微量元素研究进展(第四辑) [M],上海:第二军医大学出版社,2001,101

(下转第 20 页)

平台、设计和构建新的虚拟仪器,或拓宽其应用范围,将其用于设备的监控,用于工业过程自动化等;另一方面可高质量地全面带动高校的教学、科研。

对于远程实验教学而言,还需要将虚拟仪器系统能进行远程传输交互。因此在上述基础上,还应进一步构建基于 LabVIEW 虚拟仪器系统的网络虚拟实验室。网络虚拟实验室对于基于 LabVIEW 虚拟仪器系统实际应用于远程实验教学,是必不可少的环节。网络虚拟实验室就是在 WEB 中创建一个可视化的三维环境,其中每一个可视化的三维物体代表一种实验对象。通过鼠标的点击、拖曳等操作,远程学习者可以进行有关课程的虚拟实验。网络虚拟实验室实现的基础是多媒体计算机技术、网络技术与虚拟仪器技术的结合。虚拟仪器技术与认知模拟方法的结合也赋予网络虚拟实验室的智能化特征。网络虚拟实验室构建后,无论是学生还是教师,都可以自由地、无顾虑地随时上网进入虚拟实验室,操作仪器,进行各种实验。近年来,由于虚拟仪器技术和网络技术的飞速发展,通过网络来构建虚拟实验室已经成为可能(如 LabVIEW 的最新版本 LabVIEW 5.1,就为构建基于 Web 的虚拟实验室提供了强有力的工具),网上实验的实现已成为远程教学研究的重要方面。一旦基于 LabVIEW 的虚拟仪器

系统等的网络虚拟实验室构建后,那么基本上可以解决现代远程教育中的实验教学。当然,网络虚拟实验室目前正在构建过程中,尚未进入通用阶段,但远程教育的学习者通过网络进行实验教学已为时不远了。

参考文献

- 1 唐东炜,傅贵武,王宇华.开发虚拟仪器系统,改革测试实验教学.佛山科学技术学院学报(自然科学版),1999(2)
- 2 张洪润,董宝文.智能系统设计开发技术(上、下).成都:成都科技大学出版社.1997
- 3 周群,雷勇,刘连宇.虚拟仪器设计思想及应用.四川联合大学学报,1998(2):73~81
- 4 林正盛.虚拟仪器技术及其发展.国外电子测量技术,1997,(2):40~44
- 5 刘昱,王立福.仪器仪表测试平台的研究—LabVIEW 图形编程环境的应用.电子技术应用,1996(1):22~24
- 6 王红茹.虚拟仪器:仪器发展的新时代.仪器仪表,1998,(5):32
- 7 陈隆道,周箭,许昌.虚拟仪器——测试技术的新领域,科技通报,1999(1)
- 8 李青霞等.虚拟仪器综述.现代科学仪器,1999(4):10~12
- 9 程虎.虚拟仪器的现状和发展趋势.现代科学仪器,1999(4):6~9

Virtual instrument and virtual experiment
based on LabVIEW

Qiu Weiting

(Ningbo Radio and TV University,Ningbo 315010)

Abstract Virtual Instrument is a late-model instrument category and full of vitality,which is formed by using the computer technology in the apparatus area.Virtual Instrument System Based on LabVIEW is a practical one.Due to it has the feasibility and superiority,Virtual Instrument and Virtual lab Based on LabVIEW is a pattern of lab teaching,it can be popularized in both common colleges and long-distance teaching.

Key words Virtual instrument LabVIEW Virtual Lab teaching Long-distance Lab teaching Net virtual lab

(上接第 16 页)

Improve of construction and performance for
YY3 transverse heated platform graphite tube

Cheng Zhichen¹ Nie Tongjun¹ Chen Youyi²

(1 Zhongyuan Petrochemical Corp.Ltd, Puyang 457000)

(2 National Research Center Of Geo-analysis,Beijing 100037)

Abstract The atomization behavior of eight typical elements in YY2 and YY3 transverse heated Platform graphite tube was discussed. We tested sensitivity, precision and accuracy with elements. Experiment results show that YY3 circular transverse heated platform graphite tube were more superior in construction and atomization characters ,it can be expanded application.

Key words Graphite furnace AAS Transverse heated graphite tube Atomic absorption peak