

涂钨石墨管石墨炉原子吸收测定锆的方法

刘军 吕冬 武侠 吴金绥

(北京农业大学中心实验室, 北京, 100094)

摘要 本文研究以镁、钼为基体改进剂, 提高了用石墨炉原子吸收法测定微量锆的灵敏度, 消除了干扰和记忆效应, 并研究人参样品的前处理方法。所建立的方法具有简单快速, 灵敏的特点, 适应于测定某些样品中的痕量锆。

关键词 锆; 基体改进剂; 石墨炉原子吸收; 人参

中图分类号 O657.321

有机锆抗癌作用已引起人们的关注(王夔,1990), 石墨炉原子吸收法测定锆的报导很少, 测定锆的困难在于试样中的锆在原子化之前以易挥发的 GeO 形式损失掉了(Castillo et al, 1982; Johnson,1973; 李述信等, 1987), 影响分析的灵敏度。本文采用在热解石墨管内涂难溶金属层, 使石墨管表面性质得到改善并采用镁和钼为改进剂, 对降低基体干扰获得了明显的效应。

1 实验方法

1.1 试样(人参)不同前处理探讨

试样经 $70 \sim 80^\circ\text{C}$ 烘干, 粉碎, 通过 $80 \sim 100$ 目筛孔, 称取 0.2500 g 按下表 1 处理, 同时作回收试验:

表 1 试样不同方法的前处理

试剂/ mL	处理方法	
	A(烧杯)	B(聚 4 氟乙烯坩 埚)
浓 HNO_3 /mL	5	5 + 2
H_2O_2 / mL	0.4	0.4
HF /mL	0	1

加入不同酸后, 加盖, 过夜, 放在沙盘上加热控制温度保持微沸状态, 溶液蒸至近干(B 方法再加 2 mLHNO_3 继续加热至近干以赶尽 HF), 用水淋洗杯壁 2 次蒸至近干, 冷却后定容, 过滤, 待测。

1.2 基体改进剂的选择

1.2.1 0.5 mg/L 锆标准溶液加入不同基体改进剂试验, 本文对比了几种方案, (1) 0.5 mg/L 锆标准溶液中不含任何基体改进剂; (2) 0.5 mg/L 锆标准溶液中含有 4g/L 钠溶液; (3) 0.5 mg/L 锆标准溶液中含有 1 g/L 钙溶液; (4) 0.5 mg/L 锆标准溶液中含有 1 g/L 镁溶液。

1.2.2 据文献(陈则树等, 1991)报导加入钯(Pd)也可提高测定的灵敏度, 本文对在 0.1 mg/L

1993-04-10 收稿

(2)在 0.1 mg/L 锆标准溶液中加入钡溶液; (3)在 0.1 mg/L 锆标准溶液中同时加入镁和钡溶液。

2 结果与讨论

2.1 不同基体改进剂选择结果

2.1.1 不同灰化温度,不同基体改进剂对吸光度的影响,0.5 mg/L 锆标准溶液加入不同基体改进剂测定结果见表 2。

表 2 不同灰化温度,基体改进剂对吸光度(A)的影响⁽¹⁾

基体改进剂	灰 化 温 度 /℃			
	700	900	1100	1300
0.5 mg/L 标	0.059	0.026	0.029	0.045
0.5 mg/L 标 + Na	0.165	0.304	0.423	0.241
0.5 mg/L 标 + Ca	0.196	0.227	0.335	0.101
0.5 mg/L 标 + Mg	0.357	0.368	0.435	0.529

(1)原子化温度: 2800 ℃ 进样量: 10 μL

从表 2 可见,在同一干燥,原子化条件下,(1)同一灰化温度锆标准加基体改进剂镁对吸光度明显提高;(2)不同的灰化温度对同一浓度锆标准其吸光度差异很大,而以镁为改进剂灰化温度可达 1300 ℃,灵敏度的影响也最高。

2.1.2 镁和钡基体改进剂对吸光度的影响,见表 3。

从表 3 可见加 Mg 和 Pd 对锆测定的灵敏度都有相应的提高,而 Mg+Pd 同时作基体改进剂对提高灵敏度更为突出。其原因是由于加入 Mg+Pd 可防止测定过程中 GeO 挥发损失,使试样在具有还原性的高温等温区域内迅速蒸发,从而获得了较高的灵敏度。

(1)选出 Mg+Pd 为理想的基体改进剂后对不同锆标准浓度的影响,结果见表 4。

不同浓度锆标准(0.005 ~ 0.100 mg/L)加入适量的 Mg+Pd 基体改进剂可测出 0.005 mg/L,其相关系数 r 值)可达到 0.999。说明基体改进剂是理想的。

表 3 镁和钡改进剂对锆的吸光度(A)的影响⁽¹⁾

改进剂		吸光度(A)
0.1 mg/L	标 + Mg	0.071
0.1 mg/L	标 + Pd	0.080
0.1 mg/L	标 + Mg + Pd	0.103

(1)灰化温度: 1300 ℃,原子化温度: 2800 ℃ 进样量: 10 μL

表 4 锆标准工作曲线吸光度⁽¹⁾

标准浓度单位 $\times 10^{-6} / \%$	序号	吸光度(A)
空白	1	0.020
	2	0.018
0.005	3	0.027
	4	0.029
0.010	5	0.036
	6	0.034
0.030	7	0.067
	8	0.068
0.050	9	0.108
	10	0.092
0.100	11	0.187
	12	0.176

(1)灰化温度: 1300 ℃,原子化温度: 2800 ℃ 进样量: 20 μL。

(2)人参试样不同处理方法测定结果:

在人参试样中加入(Mg+Pd)为基体改进剂,分析结果见表5。

表5 两种处理方法的分析结果

方法	Ge含量/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	加入浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	测得浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	回收率/%
A	0.398	0.8	1.220	103
B	0.530	0.8	1.582	119

从表5结果可见,B方法测定样品的灵敏度高于A方法,故B法优于A法,其原因作者认为是加入氢氟酸后形成了稳定的络合物,锗化物不易损失。

3 结论

综上所述,我们研究了药用植物(人参)样品两种前处理方法,结果是选择B为分析方法。Mg+Pd作为基体改进剂,其分析方法在此种仪器条件下优于其他文献报导的方法。故作者认为此种方法适用于药用植物,生物及饮料等样品的分析。

参考文献

- 王 夔.1990.生命科学中的微量元素:下卷.北京:中国计量出版社,510~533
- 李述信,许 翔,孟广政,等.1987.无火焰原子吸收分析中的干扰:元素各论.分析化学译刊,9~12(4):330~331
- 陈则树,陈雁玲.1991.塞曼石墨炉原子吸收直接测定超痕量锗.分析化学,19(2):1405~1407
- Castillo J R, Lanaja J, Aznarez J. 1982. Dertermination of Germanium in coal Ashes by Hydride Generation and Flame Atomic absorption spectrophotometry. Analyst, 107(1):89~95
- Johnson D J, West T S, Dagnall R M. 1973. Dertermination of germanium by atomic-absorption spetroretry with graphite twbe atomizer. Anal chim Acta, 67(1): 79~87

THE DETERMINATION OF TRACE GERMANIUM BY GRAPHITE FURNACE ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY WITH WOLFRAM-COATED TUBES

Liu Jun Lu Dong Wu Xia Wu Jinsui
(Central Lab., Beijing Agr. Univ., Beijing, 100094)

Abstract

A method was described for the determination of trace germanium by GFAAS, in which the matrix modifier was Mg and Pd. This method has been used to analyse organic germanium in ginseng. The analytical results were satisfactory.

Key words germanium; matrix modifier; GFAAS; ginseng