

# Analysis of Trace Gold Content in Samples by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrum Method

Dexian Zhao

Anhui Institute of Geophysical and Geochemical Prospecting Techniques, Hefei, Anhui, 230022, China

## Abstract

In the field of chemical analysis, the accurate determination of trace elements is crucial for many studies and applications. Among them, as an important precious metal element, the accurate measurement of gold content is of great significance in the fields of geology, environment, biology and material science. Graphite furnace ASA has been widely used recently as an efficient and accurate microgold analysis method. In this context, the paper will analyze the method of determining trace gold content in samples by graphite furnace atomic absorption spectroscopy and related precautions for reference.

## Keywords

graphite furnace atomic absorption spectroscopy; determination; sample; trace gold content

## 石墨炉原子吸收光谱法测定样品中微量金含量分析

赵得先

安徽省地球物理地球化学勘查技术院, 中国·安徽 合肥 230022

## 摘要

在化学分析领域, 微量元素的准确测定对于许多研究和应用至关重要。其中, 金作为一种重要的贵金属元素, 其含量的精确测量在地质、环境、生物以及材料科学等领域均具有重要意义。石墨炉原子吸收光谱法作为一种高效、准确的微量金分析方法, 在近年来得到了广泛应用。在此背景下, 论文将对石墨炉原子吸收光谱法测定样品中微量金含量的方法以及相关注意事项进行分析, 以供参考。

## 关键词

石墨炉原子吸收光谱法; 测定; 样品; 微量金含量

## 1 石墨炉原子吸收光谱法 (GF-AAS) 概述

石墨炉原子吸收光谱法 (GF-AAS) 是一种基于原子吸收光谱技术之一, 被广泛运用于微量金属元素的分析技术。其操作原理基于加热后的原子在特定波长的光束下吸收特定光能的特性。在分析过程中, 样品中的金属离子被导入石墨炉中, 并在高温下转化为气态原子。随后, 这些原子被照射以特定波长的光束, 其吸收光能的程度与样品中金属元素的浓度成正比<sup>[1]</sup>。通过检测样品溶液中金属元素原子化后所产生的吸收光谱, 可以准确测定样品中金属元素的含量。GF-AAS 之所以备受青睐, 乃因其具备高灵敏度和选择性, 以及在样品前处理方面的灵活性。然而, 值得注意的是, 该技术对样品基体的要求较高, 因此在应用该方法时, 需充分考虑样品的特性, 并进行必要的优化处理。

## 2 石墨炉原子吸收光谱法测定样品中微量金含量分析步骤

### 2.1 样品前处理

石墨炉原子吸收光谱法 (GF-AAS) 常用于测定地质样品中微量金含量。在这一过程中, 样品前处理扮演着不可或缺的角色。地质样品中的金元素通常以复杂的化合物形式存在, 且常与其他元素共存, 因此需要经历一系列前处理步骤, 将金元素提取并转化为适于分析的形式<sup>[2]</sup>。

首先, 前处理步骤是研磨, 因为地质样品通常为土壤或岩石, 研磨是必不可少的。需要考虑研磨的介质和方法, 以避免引入杂质或待测元素损失。其次, 消解也是样品前处理的关键步骤之一。在这一阶段, 必须将经过研磨的样品消解于适当的溶剂中, 以将金元素从固相转移到液相。常用的溶剂王水, 能够有效破坏样品中的化学键, 使金元素以离子的形式转移到溶液中。样品消解后, 还需使用泡塑对金元素进行吸附。最后, 在沸水浴条件下使金元素解脱于硫脲溶液中, 作为上机测定的介质。

【作者简介】赵得先 (1990-), 男, 中国安徽六安人, 硕士, 工程师, 从事地质实验测试研究。

## 2.2 标准曲线绘制

石墨炉原子吸收光谱法作为一种广泛应用于微量金含量分析的技术，其标准曲线的绘制过程至关重要。为确保标准曲线覆盖待测金含量的范围，实验者需准备一系列浓度逐渐增加的标准溶液，这些标准溶液的制备需要从浓标逐级稀释，以确保其浓度与吸光度之间的线性关系可靠。还需剔除空白以消除背景干扰，从而保证实验结果的准确性。绘制完标准曲线后，需要对其进行验证和评估，通过计算标准曲线的相关系数和斜率，可以评估其线性程度和灵敏度。并且通过比对待测样品的吸光度与标准曲线，可以准确地测定样品中微量金的含量。

## 2.3 仪器设置

仪器设置是影响测定结果的关键因素之一，其中包括波长选择、灯电流调整和光谱带宽设置。

在进行波长选择时，选择与金的特征吸收波长相匹配的波长至关重要。金元素的特征波长为 242.8nm，但每次测定时可能略有不同，需进行寻峰操作，此举确保了光谱吸收信号的最大化，从而提高了测定的准确性和灵敏度<sup>[3]</sup>。

灯电流的调整直接影响光源的强度和稳定性，进而影响光谱信号的强度和稳定性，通过对灯电流的调整可以优化光源的功率，从而确保光谱信号的稳定性和灵敏度，在微量金含量的测定中发挥着至关重要的作用。

此外，光谱带宽的设置对仪器的光分辨率具有决定性影响，这对于消除干扰和提高信噪比具有重要意义。通过合理设置光谱带宽，可以精确识别金的吸收信号，并排除干扰物质的影响，从而提高了测定结果的准确度和可靠性。

## 2.4 样品测试

将待分析样品经过适当的前处理步骤：高温焙烧、王水溶矿，以去除可能影响分析的有机物，并使金元素转移到液相中。接着，将样品定容并转移入带盖塑料瓶中，投入一块泡塑，于振荡器上进行振荡，使泡塑将金元素充分吸附。然后将泡塑置于硫脲溶液中，于沸水浴中使金完全解脱，冷却后即可上机测定。

当样品被引入石墨炉中，石墨炉会通过程序控制逐渐升温，使样品中的金元素转化为原子态。在升温过程中，样品中的有机物质会被分解，而金元素则会从化合物状态逐渐转化为原子状态。通过控制升温速率和温度曲线，确保样品中的金元素被完全原子化，并且不会发生气态的金元素损失或者重新结合的情况，从而保证后续测定的准确性和精密度<sup>[4]</sup>。

程序升温第一阶段通常为干燥阶段，此过程需要超过 100℃，以保证样品中的水分完全蒸发。第二阶段是灰化，此过程是为了去除样品中的有机物，避免其产生背景干扰。第三阶段为原子化，每种元素有其不同的原子化温度，金元素通常在 2000℃以上。一旦样品中的金元素被完全原子化，石墨炉中的气态金原子会吸收特定波长的光线。在原子吸收光谱分析仪器中，会通过针对金元素特定谱线的光源，以及

光电检测器来测量样品吸收光的强度。扣除空白后，可以准确地测量出样品中金元素吸光度的大小。最后，根据吸光度与金元素浓度之间的标准曲线关系，可以精确推算出样品中金元素的含量。

## 2.5 结果计算

金含量以质量分数  $\omega$  计算，单位为 ng/g 或  $10^{-9}$ ，按公式 (1) 进行计算：

$$\omega = \frac{(m-m_0) \times k}{m_s} \quad (1)$$

式中： $m$ ——从标准曲线上查得样品溶液质量，ng；

$m_0$ ——从标准曲线上查得样品空白溶液质量，ng；

$k$ ——稀释倍数；

$m_s$ ——样品质量，g。

## 3 石墨炉原子吸收光谱法测定样品中微量金含量质量控制

### 3.1 前处理过程质量控制

测定过程的质量控制尤为关键。样品焙烧时应保证温度和时间，马弗炉也不能完全密闭，以免有机物无法充分去除。王水溶矿时，应控制温度与溶矿体积，以保证金元素可以充分转移到王水中。振荡时，应有足够的频率与幅度，确保泡塑充分吸附金元素。水浴时，水温应维持在接近沸腾，确保充分解脱。以上事项都是为了保证前处理过程在充分转移金元素的同时消除背景干扰<sup>[5]</sup>。

在测定样品的同时，应准备若干由低到高浓度系列的标准样品，和未知样品一同经过前处理后上机测定其浓度，与真实值对比，计算偏差，使其满足规范要求，方可保证同一批次样品测定结果的准确度。

### 3.2 仪器条件控制

合理选择灰化温度和原子化温度是确保测定结果准确度的关键。通过控制变量法，首先保持原子化温度为 2200℃，同一样品的吸光度随灰化温度的变化情况如图 1 所示。可以看出，当灰化温度低于 750℃时，吸光度随着灰化温度升高而上升；而当灰化温度高于 750℃时，吸光度随着灰化温度的升高而下降。可知 750℃为该台仪器测定金时的最佳灰化温度。针对图 1 所表现出的变化规律，分析其原因：当灰化温度较低时（低于 750° 左右），样品中的有机物尚未完全灰化，使得原子吸收信号受到有机背景干扰；当灰化温度过高时（高于 750° 左右），部分金元素会因汽化而损失。

保持灰化温度为 750℃，同一样品的吸光度随原子化温度的变化情况如图 2 所示。可以看出，当灰化温度低于 2400℃时，吸光度随着灰化温度升高而上升；而当灰化温度高于 2400℃时，吸光度随着灰化温度的升高基本保持不变。针对图 2 所表现出的变化规律，分析其原因：当原子化温度 2400℃左右时，样品中的金元素尚未完全原子化；当灰化温度高于 2400℃时，样品中的金元素已基本完全原子化，因

此吸光度不再变化。考虑到当原子化温度过高时，会加快石墨管的损耗，所以选用能使金元素完全原子化的最低温度作为日常测定时的原子化温度<sup>[6]</sup>。

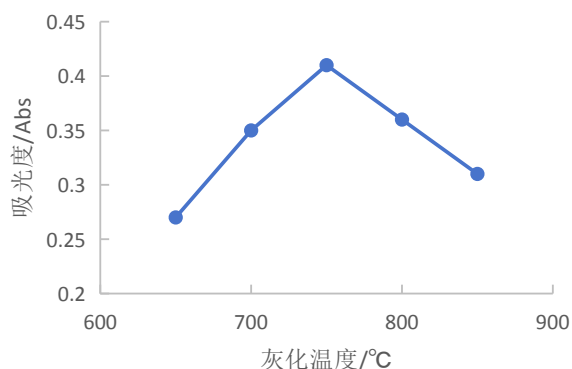


图1 吸光度随灰化温度变化趋势

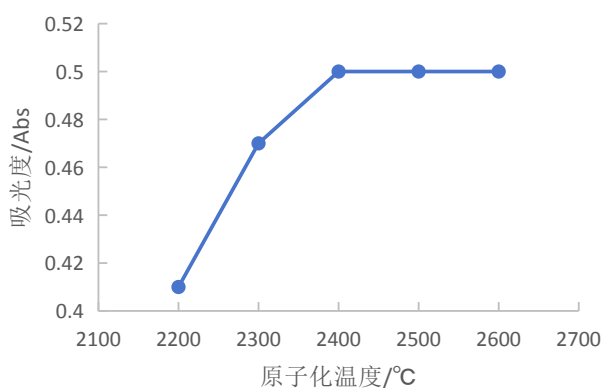


图2 吸光度随原子化温度变化趋势

需要说明的是，不同厂家、不同型号的石墨炉原子吸收光谱仪的最佳灰化温度和最佳原子化温度略有不同，须通过实验加以确定，不可一概而论。

### 3.3 消除干扰因素

在测定石墨炉原子吸收光谱法下的微量金含量时，消除各种干扰因素显得尤为关键。除了基体效应外，光谱干扰

也是需要考虑的重要因素，包括背景吸收和光谱重叠等。

对于基体效应，可通过在上机测定前，在溶液中加入基体改进剂来进行消除。

对背景吸收，可选择避开吸收峰进行测量，或者进行背景校正。通常通过仪器设置进行背景校正，如氘灯扣背景、自吸式背景校正等<sup>[7]</sup>。而光谱重叠则可以通过多元线性回归分析等数学方法进行拟合分离，从而提高测定准确度。在消除干扰因素时，需谨慎选择修正方法和测定条件，并进行充分的实验验证和数据分析，以确保消除干扰的有效性和结果的可靠性。同时，需注意避免引入新的误差或干扰源，以保证实验的可控性和稳定性，进而提升金含量测定的精确度和可重复性。

## 4 结语

总之，石墨炉原子吸收光谱法作为一种高效、准确的微量金分析方法，在多个领域具有广泛的应用前景。通过不断优化分析条件和提高仪器的性能，我们可以期待该方法在微量金分析领域发挥更大的作用。

### 参考文献

- [1] 李士杰.石墨炉原子吸收光谱法测定化探样品中微量金的方法研究[J].吉林地质,2012,31(2):3.
- [2] 李玲.石墨炉原子吸收光谱法测定样品中微量金含量分析[J].技术与市场,2021,28(9):2.
- [3] 宋朝生.石墨炉原子吸收法和ICP-MS测定地质样品中微量金的对比探讨[J].当代化工研究,2016(7):2.
- [4] 闫赫全.石墨炉原子吸收光谱法测定土壤和岩石样品中微量金[J].城市地理,2016(2X):1.
- [5] 赵敏,周聪,高丽花.石墨炉原子吸收法高温灰化二次方程拟合快速测定土壤样品全量铅[J].热带农业科学,2014,34(1):76-80.
- [6] 靳玮.原子吸收法在土壤重金属检测中的应用[J].化工管理,2024(2):29-31.
- [7] 丁建东,宁攀良.Top-down控制图法评定石墨炉原子吸收光谱法测定血中铅含量的不确定度[J].化学分析计量,2024,33(2):117-122.