

的支持与帮助,在此表示感谢。

参 考 文 献

[1] Magee, p. and Barnes, J., *Adv. Cancer Res.*, **10**,

164 (1976).

[2] Fine, D. H. et al., *Analytical Chemistry*, **47**
(7), 1188 (1975).

ZM-II 型原子吸收分光光度计中降低石墨 炉电源干扰的途径

景士廉、张东华、阎炎、俞楚明、王荣荣

(中国科学院环境化学研究所)

中国科学院环境化学研究所研制的ZM-II型原子吸收分光光度计的主要特点之一是配用了QR-1型可调快升温石墨炉电源和钨钼石墨管。由于电源功率大、升温速率快;塞曼效应原子吸收分光光度计具有优良的背景校正能力,所以它易于测定高温稀土元素,消除了记忆效应、背景吸收对测试结果的影响,可以以较高的灵敏度、精密度给出高温元素的测试结果。但是一般的塞曼效应原子吸收分光光度计与快升温石墨炉电源连接时,带来了扣背景能力降低、重现性差、氩气消耗增加的新问题。如何解决这些问题是快升温石墨炉电源与塞曼效应原子吸收分光光度计连接的一个难题。

一、抑制电磁干扰,增强背景校正能力

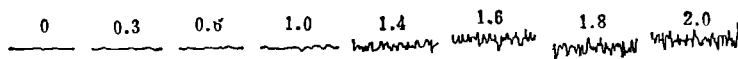
ZM-II型原子吸收分光光度计,就其所利用的塞曼效应原理而言,扣背景能力是很高的,但不是无限的,主要限制是空心阴极灯的能量。实验证明较好的空心阴极灯具有较好的背景校正能力。这说明到达光电倍增管光能量的大小直接影响扣除背景的效果。图1给出了As (1937 Å)、Pb (2833 Å)、Cu (3247 Å)静态背景校正结果。其方法是在图1中所给出的实验条件下衰减灯电流,使其产生相当于0.3、0.6、1.0、1.4、1.6、1.8、2.0

的背景消光值。在真实的使用条件下,在样品原子化的一刹那间,若产生强烈的背景吸收,譬如消光值为2.0,这时到达光电倍增管的能量只有无背景吸收时的1%,仪器的噪声明显增加。可是这种噪声的升高只产生在背景吸收发生的一瞬间,只要背景吸收完毕就一切恢复正常,因而产生一随机的干扰峰,其大小与灯的能量成反变关系。如图1表明As (1937 Å)背景消光值为2.0时,干扰峰不会大于0.05;而对于Cu灯,同样是2.0的背景消光值则不会大于0.002。因此可以得出结论,仪器校正背景的能力与背景吸收时记录噪声有关。要想改善仪器的背景校正能力,就得减小背景吸收发生时的噪声。噪声的来源主要有两个方面:(1)仪器本身固有噪声;(2)石墨炉原子化时,电源产生的电干扰和磁干扰。前者可通过精心设计的弱信号放大器和仔细的焊接来减小。后者需通过电的和磁的屏蔽来解决,本文着重讨论电屏蔽和磁屏蔽降低仪器噪声、提高背景校正能力的方法。

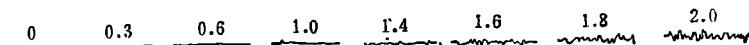
在原子吸收分光光度计中,石墨炉电源对接收放大器的干扰主要从光电倍增管至主放大器之前的电路进入,其方式有两种,第一种是电容性的或称电的耦合,这是石墨炉电源回路和接收放大回路电场相互作用的



As 1937 Å 灯电流 7.5mA 狭缝 1 mm 高压 470V



Pb 2833 Å 灯电流 7.5mA 狭缝 0.5mm 高压 290V



Cu 3274 Å 灯电流 7.5mA 狭缝 0.5mm 高压 250V

图 1 ZM-II 型原子吸收分光光度计静态背景校正能力

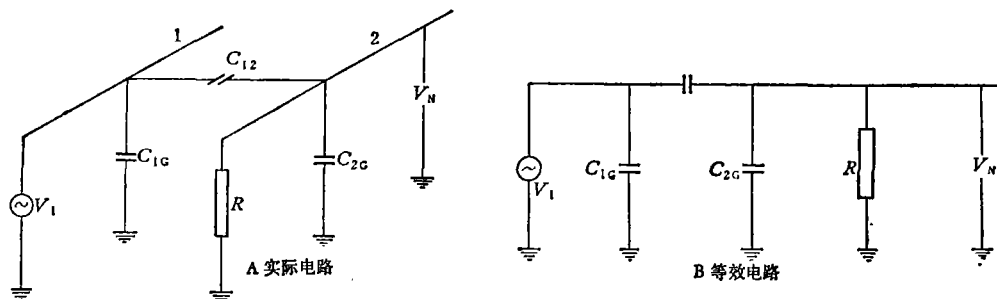


图 2 石墨炉电源和接收回路电容性耦合

结果。第二种是电感性的或称磁的耦合，它是由石墨炉原子化时，强大电流(可达 800 安培)形成的磁场，经过和接收放大电路的互感，形成噪声。

两根导线之间电容性耦合如图 2 所示。 C_{12} 是石墨炉电缆 1 和接收放大电路某一导线 2 之间的杂散电容； C_{1G} 是电源电缆 1 和地线之间的电容； C_{2G} 是导线 2 和地线之间的总电容； R 是接收电路导线 2 至地线的电阻，并不是杂散电阻。

耦合等效电路如图 2B 所示。一般说来 R 比杂散电容 C_{12} 加上 C_{2G} 的阻抗小得多，

即：

$$R \ll \frac{1}{j\omega(C_{12} + C_{2G})}$$

那么图 2B 中的等效电路的噪声电压 V_N 表示如下：

$$V_N = j\omega R \cdot C_{12} \cdot V_1 \quad (1)$$

由式 (1) 可知噪声电压是直接由石墨炉电源的频率，被干扰接收放大回路与地之间的电阻 R ，石墨炉电缆 1 与导线 2 之间的电容 C_{12} ，以及石墨炉电源输出电压 V_1 的幅度成正比。

由于石墨炉电源的频率是固定的，输出

电压 V_1 也无法改变。如欲降低电容性耦合, 则需减小其余两个参数, 即接收回路运用在低阻状态和减小耦合电容 C_{12} 。实际上原子吸收分光光度计前置放大器之后的电路都是运用低阻状态, 公式(1)说明了这类噪声主要来源于光电倍增管至前置放大器输入端的电路中, 因而光电倍增管的负载电阻不宜选得过高 (300k Ω 较好)。减小耦合电容 C_{12} 可采用改变导线方向, 屏蔽和远离两导线的方法来实现。

原子吸收分光光度计接收电路受石墨炉电源磁的干扰的主要部位是前置放大器至主放大器之间的回路 (前置放大器与主放大器焊于同一块线路板上者除外。如 170-70 机。这时磁干扰也是由光电倍增管至前置放大级之间进入)。防止石墨炉磁场干扰的方法是减小接收放大回路的面积。这里所指的面积是由前置放大器输出电流经主放大器输入回路所包围的总面积。所以对从前置放大器流经主放大器电流回路的途径应予以慎重考虑。如果把导线用非磁性的编织线加以屏蔽, 并设法使返回前置级的电流通过一个包围面积较小的途径, 这样就形成了由屏蔽线造成的防磁作用。但这个防磁作用仅仅是由于减小了回路的面积, 而与屏蔽体的磁屏蔽特性无关。

图 3 表明屏蔽对电路回路面积的影响。图 3A 中, 前置放大器输出 V_s 通过单根导线接至主放大器输入电阻 R_L , 用地作返回途径, 电流包围的面积是导线与地之间的矩形。

图 3B, 已将导线屏蔽, 两端接地, 但大部分返回电流经过地而不流过屏蔽, 不能屏蔽磁干扰。图 3C 表示导线加了屏蔽, 但仅一端接地。能得到很好的效果, 这是因为返回电流全部流经屏蔽层, 减小了回路面积。

这里需要进一步说明的是, 为什么减小主放大输入回路的面积可以防止石墨炉电源产生的磁干扰。假定原子化时, 石墨炉电流为 I , 它将在电流回路里产生与原子化电流 I 成正比的磁通, 其比例系数称为电感 L 。因此可以写成:

$$\Phi = L \cdot I \quad (2)$$

电感的大小取决于石墨炉电源回路的几何形状。

石墨炉电源产生的电流也在主放大输入回路里产生磁通, 形成一个互感 M_{12} , 表示为:

$$M_{12} = \frac{\Phi_{12}}{I_1} \quad (3)$$

设主放大器输入回路为具有面积 A 的闭合环, 石墨炉电源在这个回路中产生磁通密度为 B , 而引起的电压为 V_N , 它们的关系可表示为:

$$V_N = - \frac{d}{dt} \int_A B \cdot dA \quad (4)$$

式中 B 和 A 为矢量。如果闭合回路固定不变, 面积为常数, 磁通密度随时间按正弦规律变化, 则式(4)可简化为:

$$V_N = j\omega B \cdot A \cos\theta \quad (5)$$

式(5)表明, 为了降低磁干扰, B 、 A 、

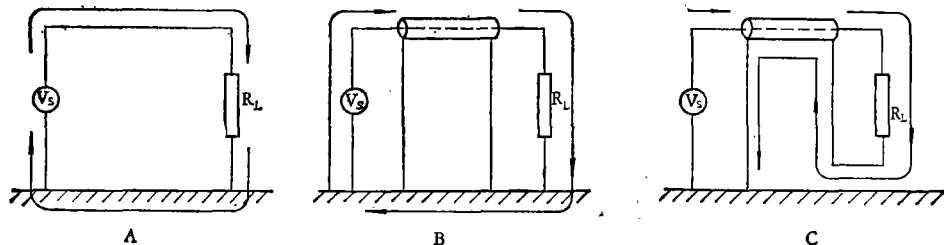


图 3 屏蔽层对主放大器输入回路面积的影响

A. 无屏蔽包围面积大; B. 屏蔽层两端接地, 不能屏蔽磁干扰; C. 加一端接地的屏蔽减小面积。

$\cos\theta$ 都必须减小。对于B项,可以通过使其远离电路;A项可通过图3C所示的屏蔽单端接地的方法减少; $\cos\theta$ 项可以通过调整电源电缆和主放输入回路的走向来减少。

此外,石墨炉电源通过市电对主机的干扰,可通过加强主机电源的滤波来解决。其办法是用电解电容作低频滤波,同时并联一个,低电感的云母或陶瓷电容,对高频滤波。

总之,采取上述措施,可以降低石墨炉电源对主机的影响,提高仪器扣背景的能力。

二、正确设计石墨炉,提高重现性

塞曼效应原子吸收分光光度计使用带磁铁的石墨炉,其磁场强度为10千高斯左右,当原子化时,可有高达800多安培瞬间电流通过磁场。正如图4所示,原子化期间,位于磁极间隙中心的石墨管受到上下两个方向交替作用的洛伦兹力:

$$F_1 = I \cdot H \cdot L \quad (6)$$

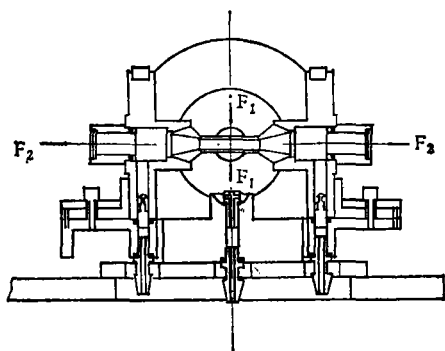


图4 原子化时作用到石墨炉上的力

其中: I ——原子化时通过石墨管的电流强度;

H ——磁场强度;

L ——石墨管在磁场中那部份的等效长度。

I 、 H 、 L 均采用CGSM单位制。假定 $I = 800$ 安培,即 $I = 80$ CGSM 电流单位; $H =$

10^4 奥斯特; $L = 1$ 厘米,那么不难算出:

$$F_1 = 80 \times 10^4 \times 1 = 8 \times 10^5 \text{ (达因)} \\ = 8 \text{ (牛顿)}$$

而石墨管本身重量只有1.5克左右,这么大的力作用在石墨管上,产生强烈的振动。

原子化期间,另一个不容忽视的作用力是连接到石墨炉两电极的左右电缆的相互作用。如图4所示,它是作用到左右两电极上、由中心向外的拉力。根据毕奥-萨代尔定律(Biot-Savart Law),我们不难估算长度为 L 的一根导线上所受的力 F_2

$$F_2 = \frac{I_1 I_2}{d} L = \frac{I^2}{d} \cdot L \quad (7)$$

由(7)式不难看出,作用到石墨炉左右两电极间向外的拉力与原子化时电流强度 I 平方,电缆长度 L 成正比,与电缆间距 d 成反比。原子化时,石墨炉电缆向外扩展运动,这就是这种力作用的结果。

由于上述两种力的作用,很难保证石墨管和左右两电极之间良好的电接触,甚至出现打火现象。在干燥—灰化—原子化过程中,任何阶段的打火将是造成仪器重现性差的主要原因之一。因此,尽量缩短石墨炉电源电缆,选择合适的弹簧将是解决这一问题的关

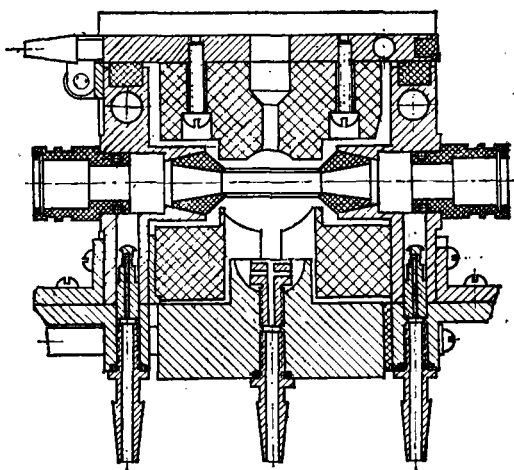


图5 ZM-II型石墨炉

键,弹簧过硬容易造成石墨管使用寿命降低,过软则造成重现性差,因此需要通过大量的实验筛选确定。

为使 ZM-II 型机在高温工作条件下降低氦气消耗,我们主要采取了两项措施。一是加强石墨炉体的密封性,其次是采用石墨添加块的办法减小石墨炉腔体的空间,其结构如图 5 所示。在氦气流量 1.5 升/分钟情况下,使用钨钼管,可进行 100 次以上的稀土元素 Y 的测定。

三、结 束 语

由于采取了上述措施,使 ZM-II 型原子吸收分光光度计既具有优良的背景校正能力,又具有可调快升温石墨炉电源所引进的

一切优点。

本文所讨论的影响仪器背景校正精度,重现性的因素,仅仅局限于快升温石墨炉电源与塞曼效应原子吸收连接时所遇到的特殊问题。至于其他方面的因素,例如石墨炉气路的对称性、密封性对仪器重现性的影响,电子线路失谐、温漂对扣背景能力的影响等因素,都是制造塞曼效应原子吸收分光光度计必需考虑的一般性问题,这里不一一赘述。

参 考 文 献

- [1] W. O. 亨利著,铁道部二七通讯工厂科研所翻译组译,电子系统噪声抑制技术,第 22—51 页,1978。
- [2] 江苏师范学院物理系编委会,电磁学讲义,第 330 页,人民教育出版社,1960。
- [3] 景士廉等,环境科学,5(3),41(1984)。
- [4] 何华焜等,分析仪器,5,18(1982)。

(上接第 50 页)

用“生态平衡”和地质上“天然过程”规律,才能对社会主义建设有益,或将不利影响限制到最小限度。为减少或避免这一带洪水灾害,要强调增加森林覆盖率,防治斜坡破坏,减少水土流失,改造束水工程,清理滩地设施,调整跨江工程等。

工程地质环境,大多不是一项工程或一种活动所涉及的场地或范围,不是一个部门所可能开发、利用、改造、控制的区域。因此,还必须加强社会主义协作,制订共同遵守的对环境资源保护、利用的法规。国家应把环境工程地质研究,及时提到日程上大力开展。

汉中盆地河道淤填、心滩扩展、洪水壅高已成为该区环境工程地质问题的不良表现。与此相反,该区也存在着削弱这种不良危害

的环境工程地质的表现。已建水库工程便发挥了滞洪、削洪、错洪的效能,并对水坝下游起到冲刷清淤作用。据水电部第三工程局资料,本无调洪任务的褒河石门水库,1981 年 8 月 21 日洪水期间,滞洪 3500 万米³,削洪 1510 米³/秒,错洪约 4 小时;且在平水期,库水下泄又能挟走下游一部份淤填泥沙。适当筑坝拦水,可防治或削弱汉中盆地不良环境工程地质问题,并可达合理综合利用水利资源之目的。

参 考 文 献

- [1] 张俤元等,工程地质分析原理,地质出版社,北京,1981 年。
- [2] 刘国昌,关于环境工程地质的某些问题,水文地质及工程地质(5),地质出版社,北京,1982 年。
- [3] 胡广韬,工程地质学,地质出版社,北京,1984 年。
- [4] 胡广韬等,水文地质及工程地质,中国工业出版社,北京,1965 年。