

復旦大學 化学系



原子吸收分光光度法测定 奶粉中的钙

复旦大学
化学教学实验中心

主要内容:

1. 实验目的
2. 方法原理
3. 仪器简介及**WFX110**型**AAS**的使用方法
4. 实验内容
5. 数据处理
6. 思考题

实验目的

- 掌握原子吸收分光光度法进行定量定量分析的原理和技术；
- 实际样品（奶粉中钙）测定方法（比较标准曲线法和标准加入法）。掌握奶粉的微波消解方法、考察钙的测定影响的因素；
- 了解原子吸收分光光度计设计结构和微波消解系统的结构及其使用方法。

方法原理

一. 原子吸收光谱法 (AAS) 的产生与发展

1955年 澳大利亚 A. Walsh 发表

《原子吸收光谱在分析化学中的应用 》，展示仪器。

荷兰 J. T. J. Alkemade 同期独立设计仪器 火焰作光源。

1961年 苏联 Б. В. Л ъ в о в 非火焰原子吸收法

1965年 英国 J. B. Willis 氧化亚氮-乙炔火焰采用

从30个元素→70多个。

1968年 石墨炉原子化器的出现

1974年 塞曼效应原子吸收分析仪 (分析高背景低含量元素)

AAS的发展已成为化学实验室元素定量分析常规武器!

方法原理

一. 原子吸收光谱法（AAS）的产生与发展

国内发展：

1963年 化学通报介绍第一篇文章

1964年 蔡祖泉教授造成第一个空心阴极灯

1965年 组装成功第一台测量装置（冶金部有色金属研究院）

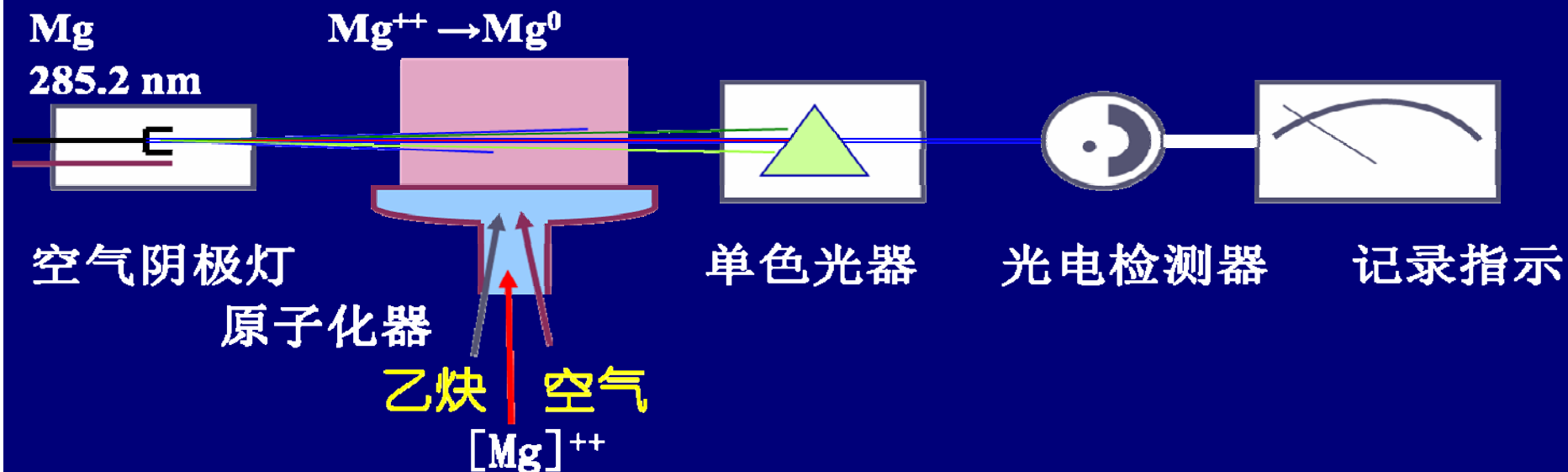
1971年 国内开始生产原子吸收光谱仪随后广泛使用

方法原理

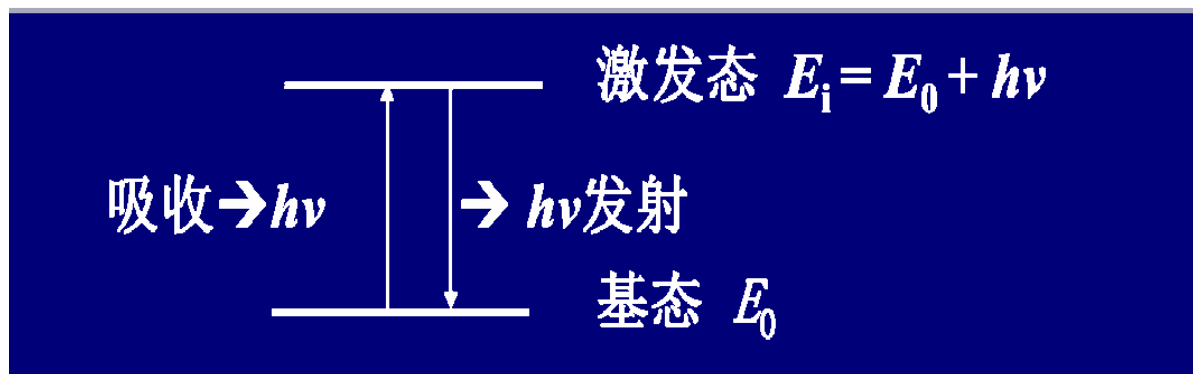
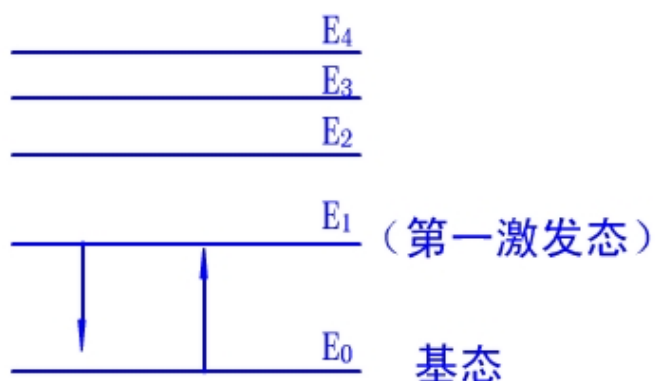
二. 原子吸收光谱法的原理

原子吸收光谱法，又名原子吸收分光光度法，它是基于从光源辐射出具有待测元素特征谱线的光，通过试样蒸气时被蒸气中待测元素基态原子所吸收，由辐射特征谱线光被减弱的程度来测定试样中待测元素含量的方法。

装置



吸收线： 电子从基态跃迁到能量最低的激发态（称为第一激发态）时，要吸收一定频率的辐射，所产生的吸收谱线称为**共振吸收线**（简称**共振线**）



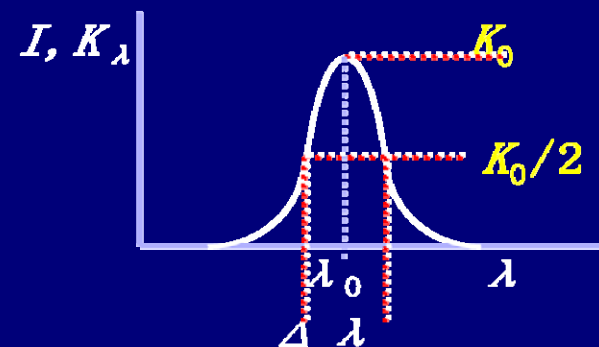
描述方法

谱线波长 λ_0

谱线形状 $\Delta \lambda$ (半宽度、线宽)

谱线强度 I

与分子光谱有很大差别！



优点:

1.检出限低 火焰法- ng/ml级; 非火焰法- 10^{-10} - 10^{-14} g

2.准确度高 在一般条件下, 其相对误差约在1-3%之间。

火焰法<1%;非火焰法约在3% - 5%

3.选择性好 多数情况下, 共存元素不产生干扰

4.测量元素广 可适用于七十多种元素的痕量测定。

5.操作便利

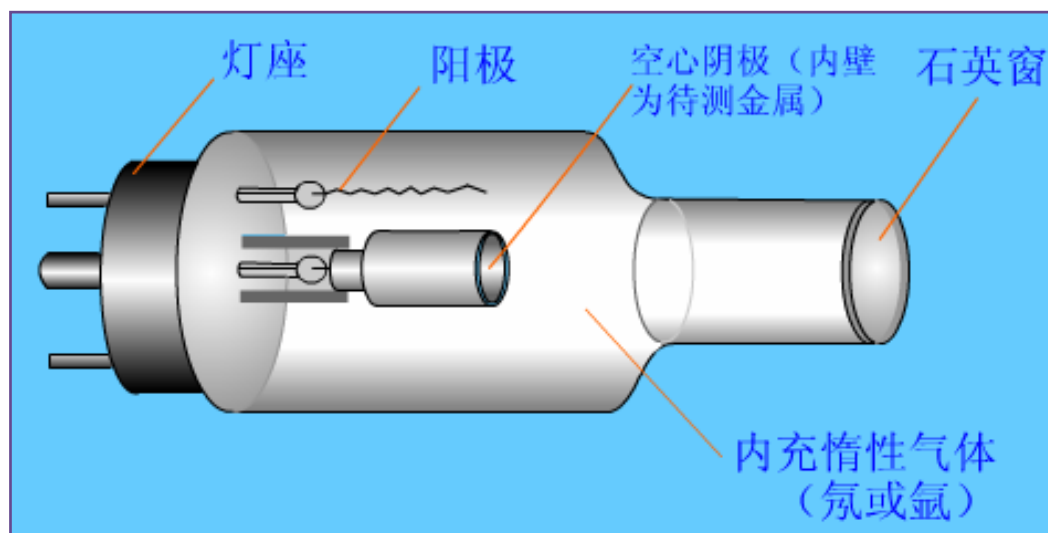
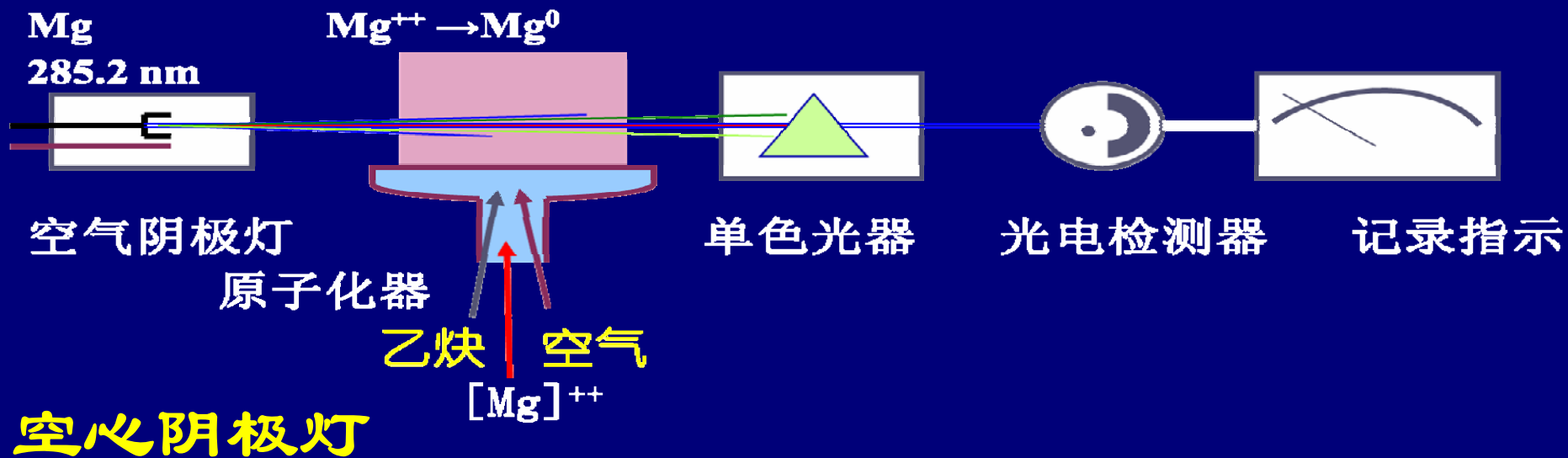
缺点:

每测一个元素要使用一个(空心阴极)灯、麻烦

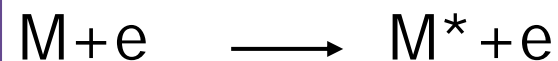
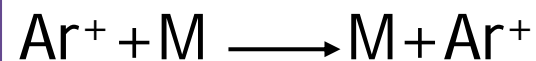
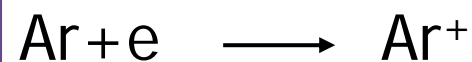
难熔元素、非金属元素测定困难。

仪器结构示意图

装置



原理:



定量关系

在使用锐线光源和低浓度的情况下，基态原子蒸气对共振线的吸收符合**比耳定律**：

$$A = \lg(I_0/I) = KLN_0$$

A ——吸光度

I_0 ——入射光强度

I ——经原子蒸气吸收后的透射光强度

K ——吸光系数

L ——辐射光穿过原子蒸气的光程长度

N_0 ——基态原子密度。

定量关系

在固定的实验条件下，原子总数与试样浓度 c 的比例是恒定的，则上式可记为：

$$A = K'c$$

原子吸收分光光度法的定量基础。

K ——恒定 关键

a 温度

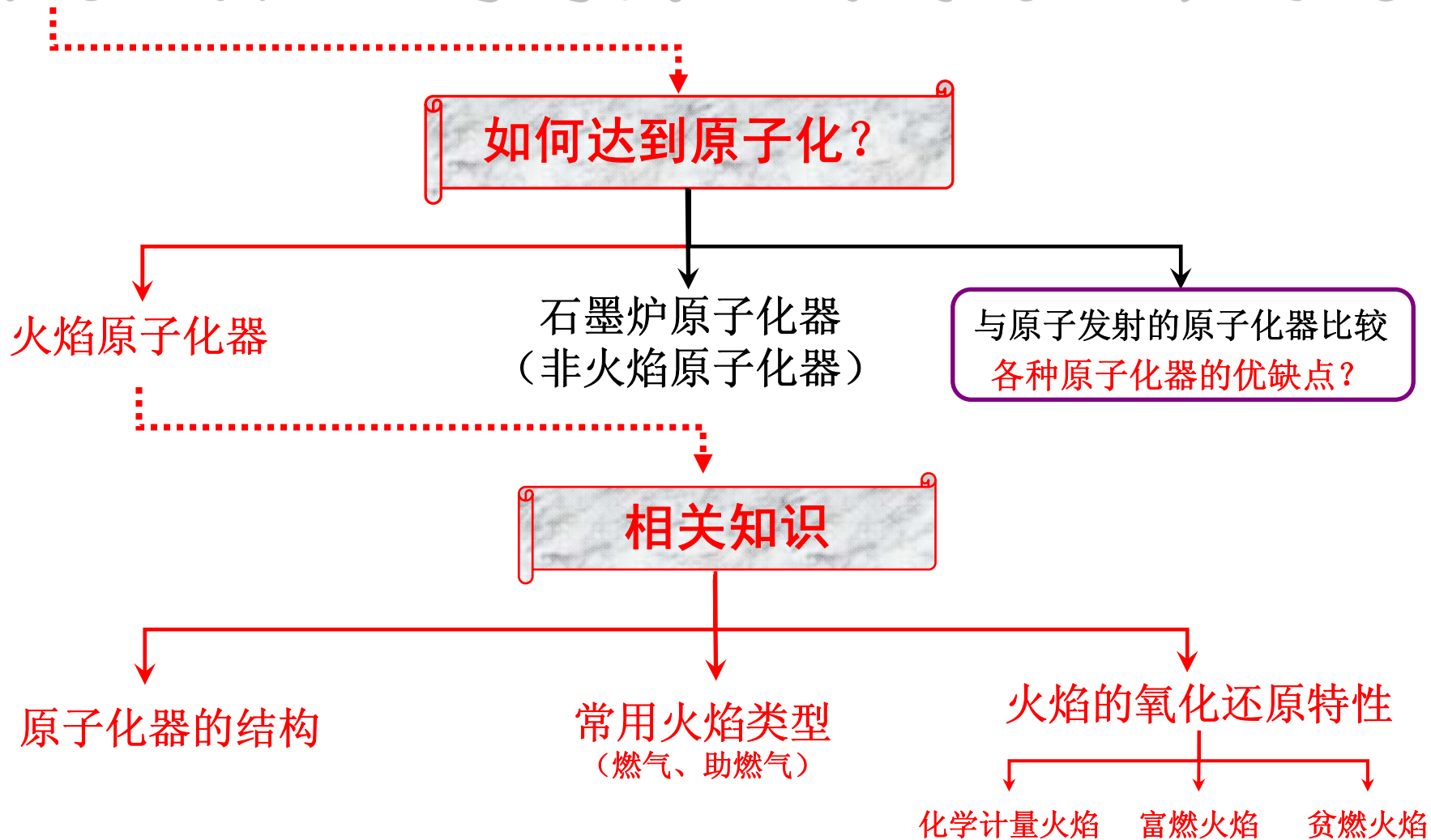
b 进样方式

c 火焰中的光程恒定

定量方法可用标准曲线法或标准加入法等。

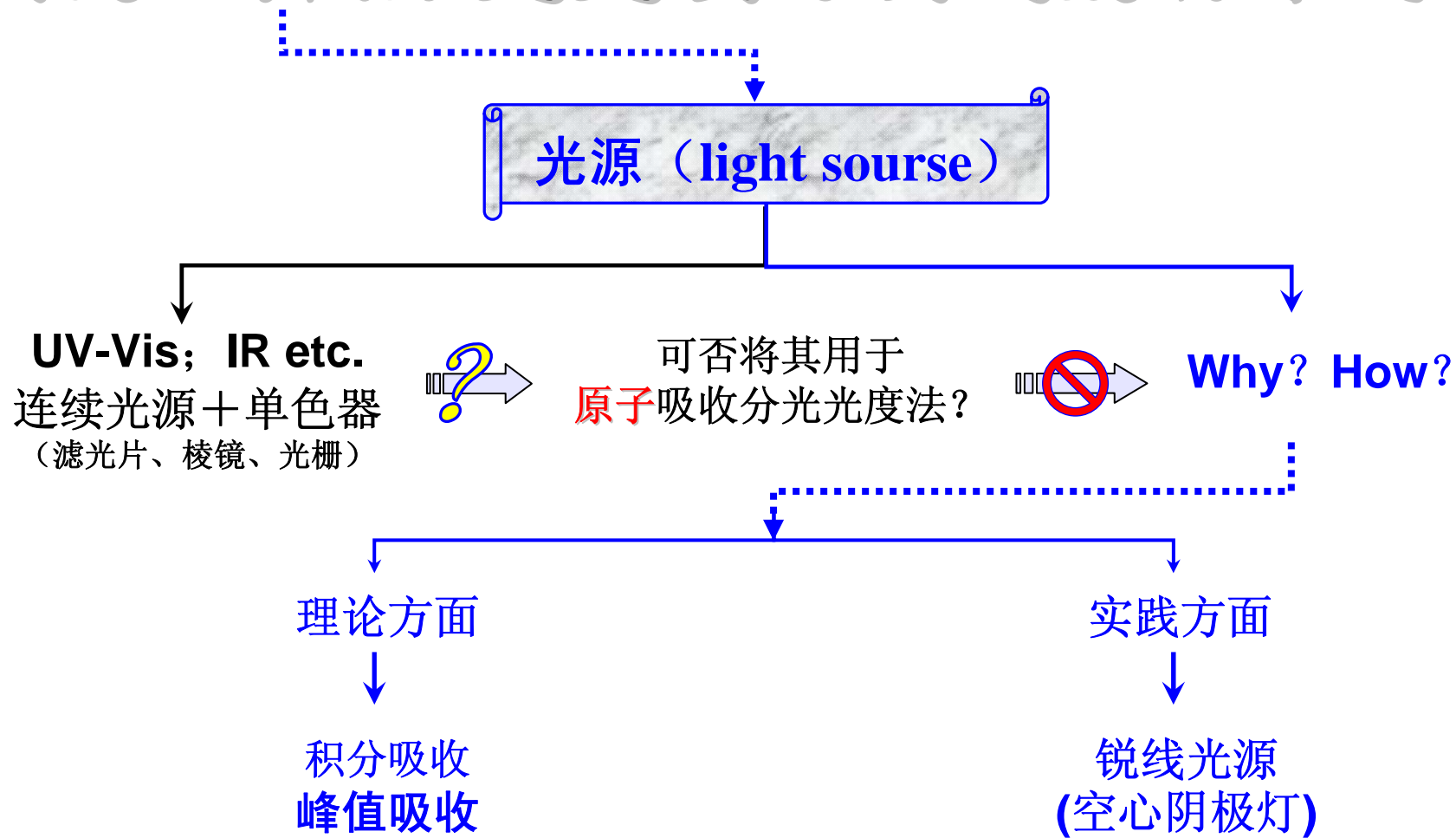
实验内容

原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙



实验内容

原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙

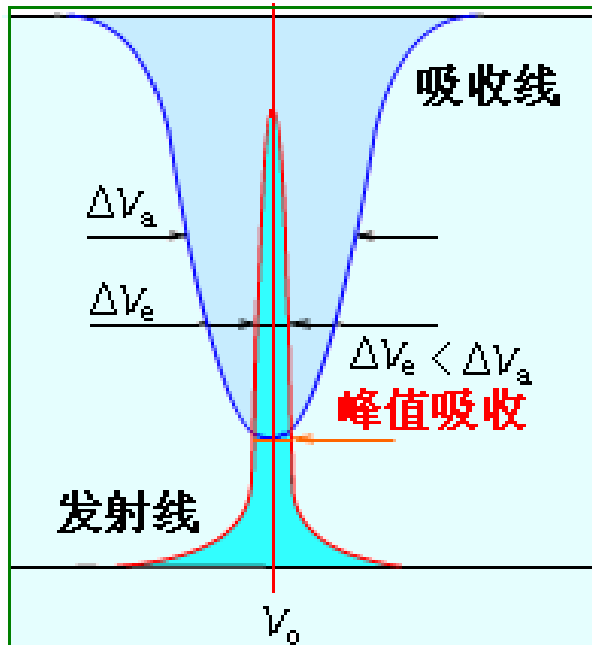


实验内容

原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙

光源 (light source)

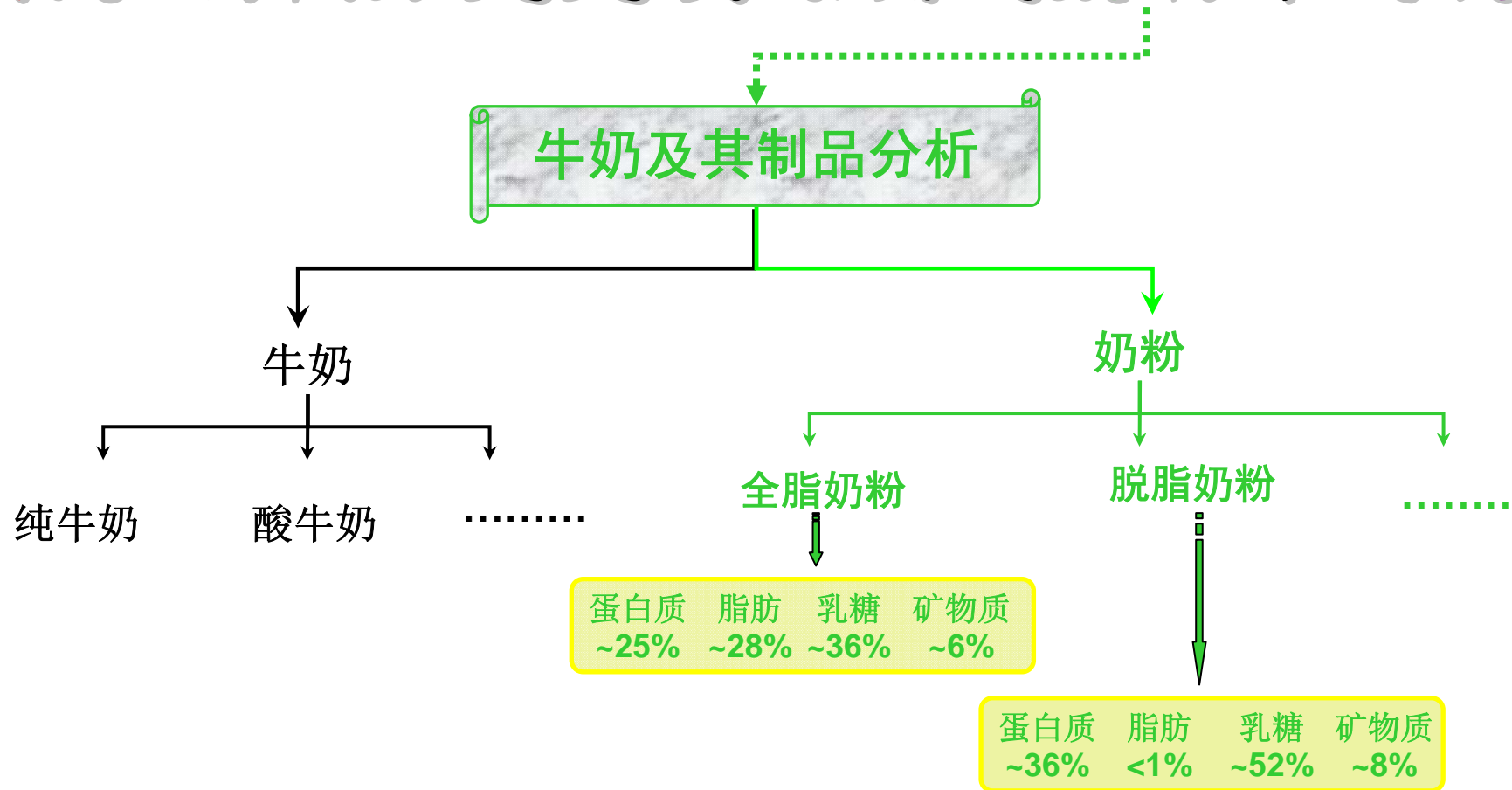
实践上 解决峰值吸收测量，需要获得极窄谱带的辐射
(空心阴极灯、气体放电灯)



锐线光源是指所发射的谱线和原子吸收线的中心频率一致，都在 ν_0 处，而发射线的半宽度 $\Delta \nu_e$ (相当于0.0005~0.002nm) 要比吸收线的 $\Delta \nu_a$ (相当于0.001~0.005nm) 小得多。在发射线很窄的轮廓内的原子吸收系数可以认为不随频率而改变，并等于中心频率 ν_0 处的吸光系数 K_0 ，

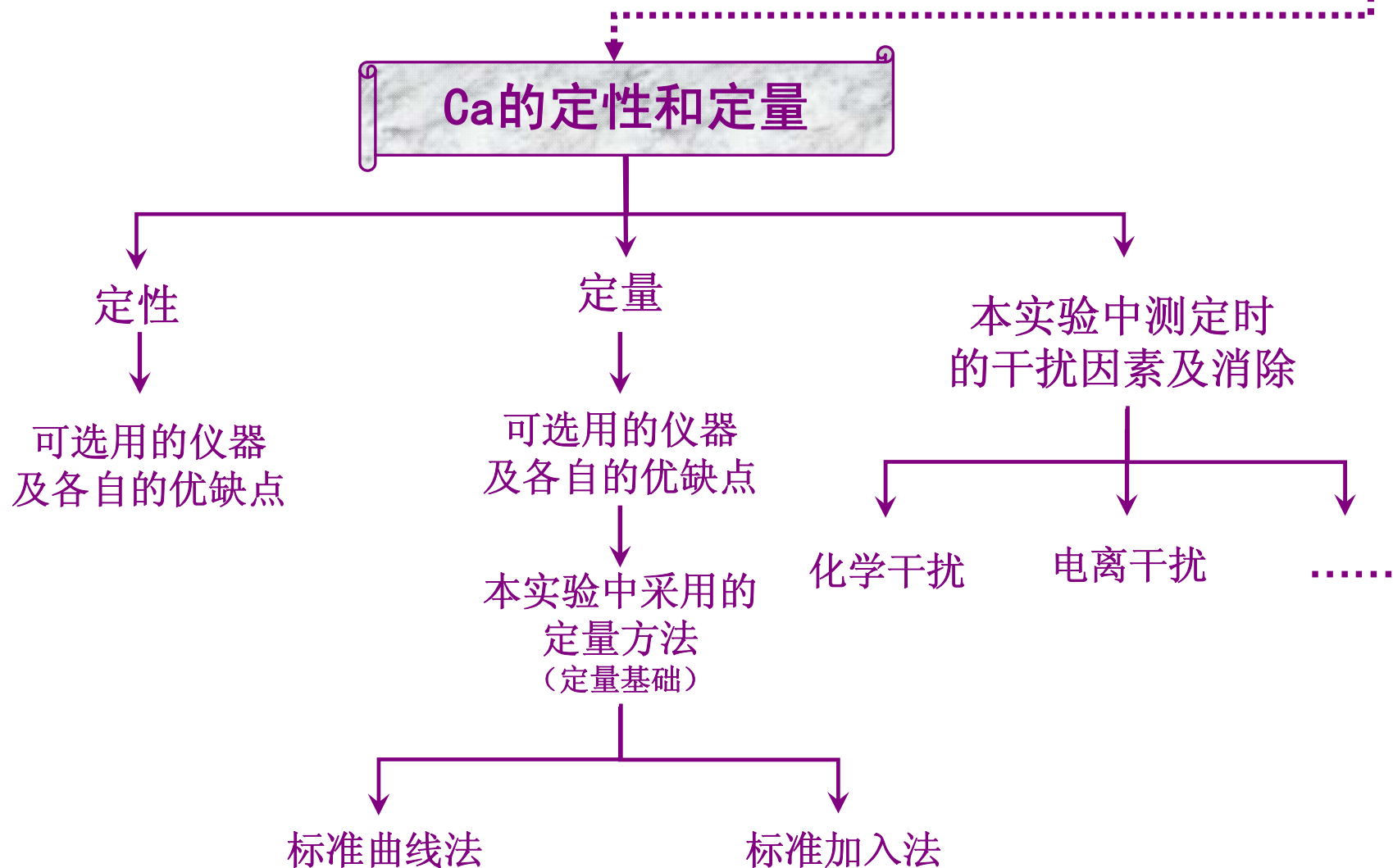
实验原理和内容讲解

原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙

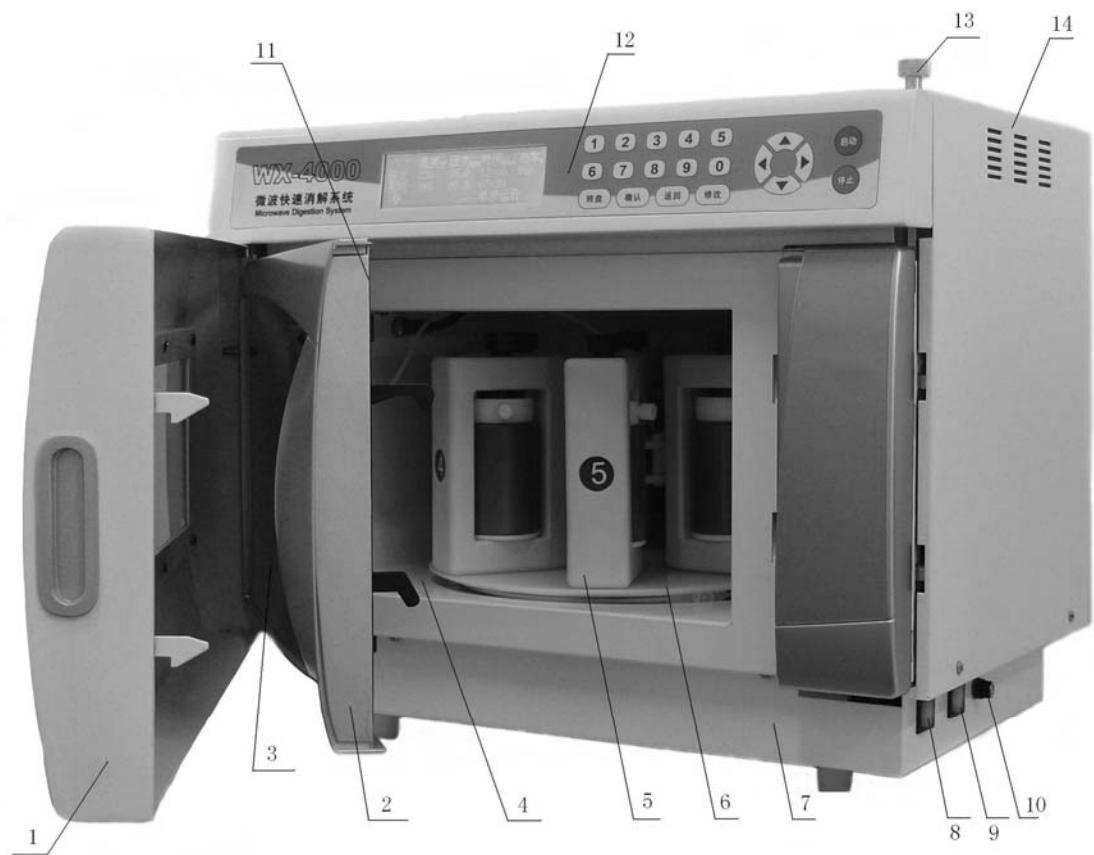


实验原理和内容讲解

原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙

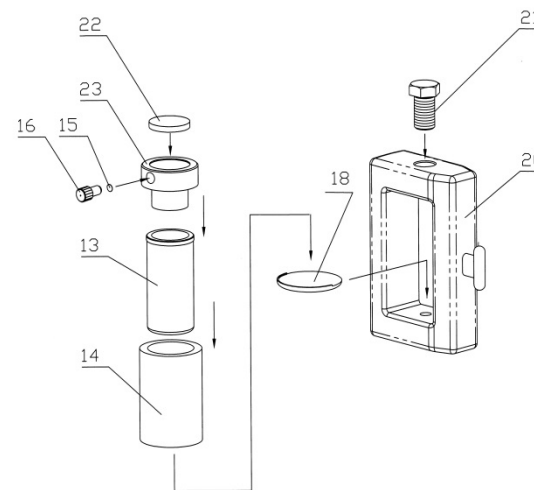


仪器简介(1):

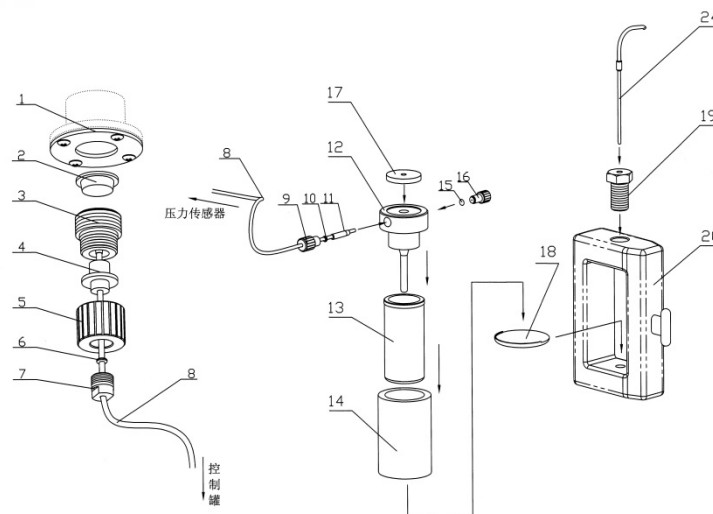


WX-4000微波消解系统

微波消解罐

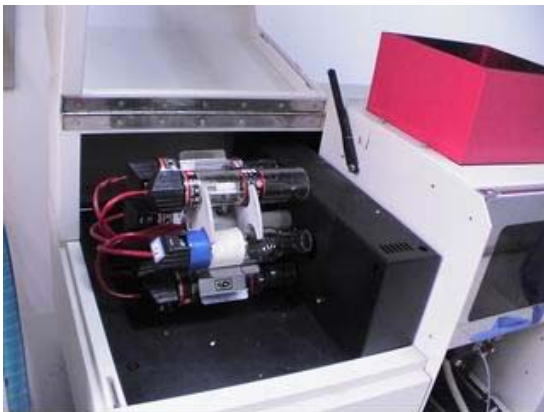


温压控制罐



仪器简介(2):

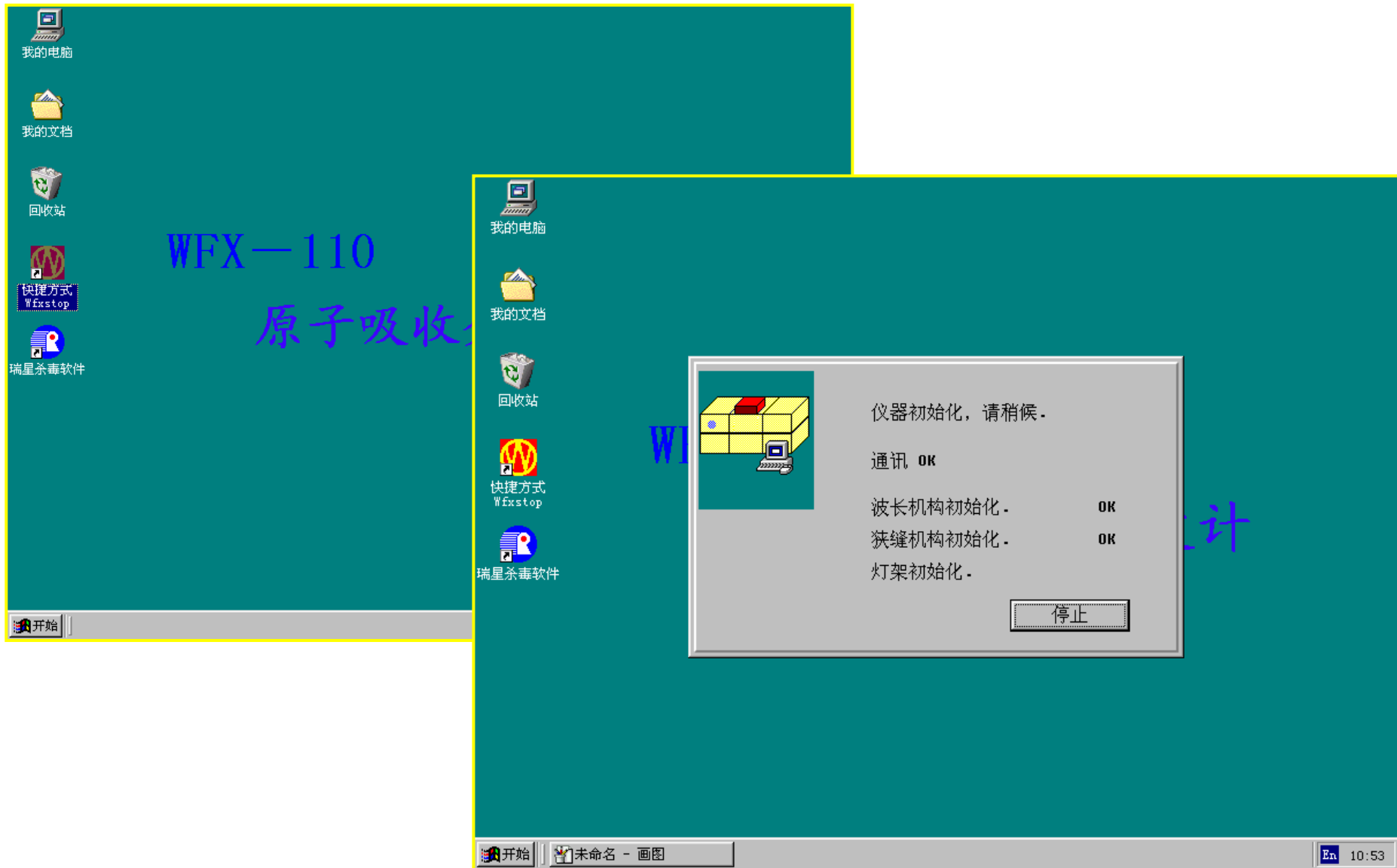
WFX110 型AAS



WFX110 型AAS的使用方法:

1. **开机:** 打开总电源。先启动计算机, 检查雾化室前的液封, 再打开原子吸收分光光度计主机电源。
2. **自检:** 双击“Wfxstop”, 进入仪器控制程序, 进行仪器初始化、自检。
3. **测定方法设置:** 自检完成后, 点击“文件”菜单中“创建”, 进入“方法编辑”:
 - (1) **主页面**—光源: 火焰; 元素: Ca; 波长: 仪器自动设定; 狭缝: 0.2; 灯号: 1。
 - (2) **仪器参数**—分析人员: 自设; 信号类型: 原子吸收; 测量方式: 时间平均; 阻尼: 2, 读数时间: 0.1 s。
 - (3) **标准曲线**—浓度单位: mg/L; 方程: Linear; 重复次数: 3; 空白: \checkmark ; STD、Conc: 自设。
4. **点灯:** 点击工具条中“Start”, 选择灯类型: HCL (普通空心阴极灯), 灯电流: 2.5 mA, 负高压: 仪器自动调制。确认后, 点击“设置”、“寻峰”, 点燃空心阴极灯, 通过能量扫描, 确定实际工作波长。
5. **对光:** 查验燃烧器单缝上方的光斑, 调节燃烧器位置 (左旋钮调前后, 右旋钮调上下)。
6. **进入测量程序:** 点击“Date”、“Calib”、“Signal”, 打开数据表、信号图、标准曲线图。点击信号图左下脚“设置”, 可设置信号图的纵坐标 (一般为 0 ~0.2)、横坐标 (时间范围可设得长些)。
7. **点火:** 开空气压缩机开关 (流量约 6 L/min), 开排风, 打开乙炔钢瓶总阀, 顺时针转动减压阀, 调节流量 (0.5 ~ 0.6 Kg/cm²)。顺时针旋开燃气阀 2-3 圈, 便有乙炔放出。按一下“点火”键, 点燃火焰。调节乙炔流量 (约 1.2 L/min), 使之呈现合适的火焰。
8. **测量:**
 - (1) **校零:** 吸入去离子水, 点击工具条中“Zero”按钮。
 - (2) **标准曲线测量:** 依次进样, 点击“Read”, 数据即列于数据表中。注意: 第一份应测量空白 (去离子水); 进样后不要立即读数, 应待信号达峰顶并基本走平 (即右下角数据稳定) 后再读数; 每次读完后应待表中出现数据后方可换上去离子水; 吸入去离子水至信号回到基线后, 方可进下一份样品。
 - (3) **样品测量:** 测完所设标准样品后, 即得到标准曲线图。再进样则显示未知样测量结果。
 - (4) 若点击数据表之“清除”, 即为重新开始一组测定, 重复(1) ~ (3)步骤即可。
 - (5) **打印:** 分别选中 (点击变蓝)。打印实验数据表和标准曲线图。
9. **结束工作:** 退出测量程序。关闭乙炔钢瓶总阀, 待火焰熄灭后, 放松减压阀, 按“点火”键复位。移去去离子水, 按空气压缩机右侧方的按钮, 放水气后, 关闭空气压缩机, 关闭排风。依次关闭主机、计算机及电源。倒掉废液。在仪器使用簿上签名登记。

双击“Wfxstop”，进入仪器控制程序，进行仪器初始化、自检



补充说明：

- 实验课堂讲解内容不可能面面俱，重点讲授的只是跟本次实验有直接联系的内容，提问也只是检查一下大家的预习情况。其他部分要求自学。
- 课堂讨论中，碰到四人都没预习到，从而导致无法讨论下去的知识点，留作课后附加思考题。

思考题：

1. 原子吸收分光光度计为什么要用待测元素的空心阴极灯做光源？
2. 在原子吸收光度分析中，什么情况下要用标准加入法？
3. 在原子吸收光度分析中，待测元素的电子从激发态回到基态时发射的谱线是否会影响测定。

谢谢大家！