

## 原子吸收光谱法模块之

### 任务2 原子吸收分光光度计基本操作

#### 教学任务

- 原子吸收分光光度计的开关机操作
- 操作软件的使用；
- 乙炔钢瓶空气压缩机的使用；
- 简单故障的排除。

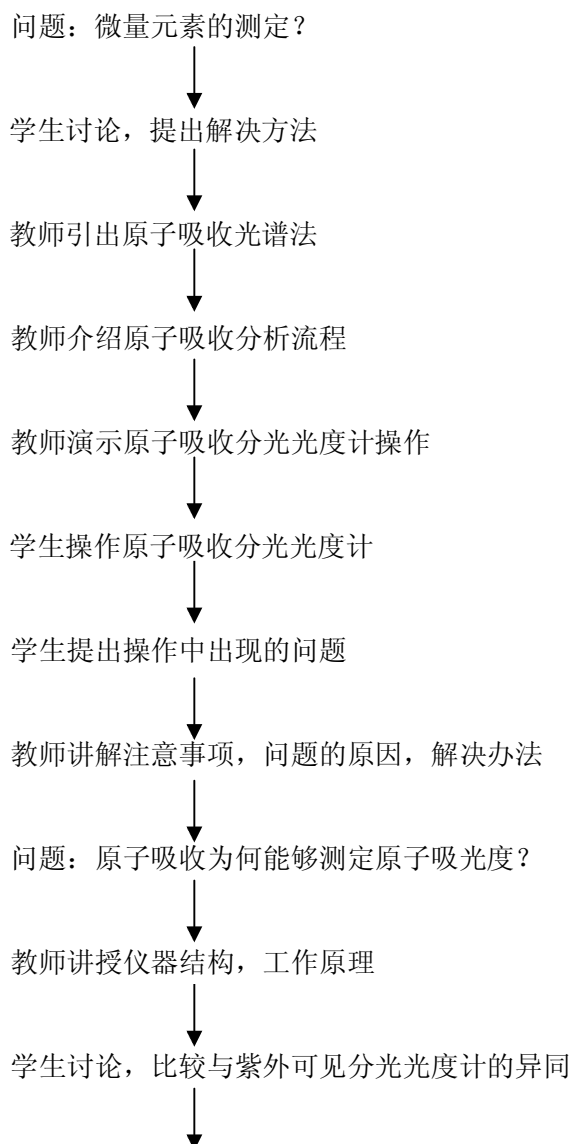
#### 教学方法

- 教师演示，学生练习，总结提高

#### 教学学时

- 以20人为学习组，每5人一台仪器，需6学时

#### 教学设计



阅读其他型号仪器，比较操作方法



教师总结，提出问题学生思考，为下次课准备

### 课程引入

- 问题 1 食品营养和安全是现代生活中与每个人关系最为密切的两大主题，微量元素与重金属污染又是食品营养安全的重要组成部分，这些都与分析检测工作分不开。现有一食品样品需要测定其中微量金属元素（例如 Zn、Mg、Pb、Cu 等），请问可以采用什么方法？说出你所熟悉的方法？
- 问题 1 的解决：
- 可以采用电位分析法、紫外可见分光光度法、化学法等，这些方法各有其特点，但灵敏度都相对较低，在测量微量元素时显得不足，另外易受其它共存基体干扰。原子吸收分光光谱法是解决这类问题非常好的一种方法。

### 原子吸收光谱法分析流程

- 原子吸收分析的流程：光源→原子化器→分光系统→检测系统。试液经吸样毛细管吸入原子化器，在高速气流作用下喷射成细雾与燃气混合后进入燃烧的火焰中，被测元素在火焰中转化为原子蒸气。气态的基态原子吸收从光源发射出的与被测元素吸收波长相同的特征谱线，使该谱线的强度减弱，再经分光系统分光后，由检测器接收。产生的电信号，经放大器放大，由显示系统显示吸光度或光谱图。

**阅读说明书**在同学们面前摆放着原子吸收分光光度计的仪器使用说明书，请仔细阅读其中的仪器简介及操作方法部分，对仪器有个基本了解。对照仪器实物了解仪器的电、气路连接，各功能钮的作用。

### 原子吸收分光光度计的开关机步骤

- 接通电源—打开电脑—安装空心阴极灯—开主机—打开操作软件—初始化—寻峰—设置实验条件—检查排水安全联锁装置—开空气压缩机—开乙炔钢瓶—调节气体压力—点火—样品测定—数据保存—测定完毕—关闭乙炔钢瓶—火焰熄灭后关空气压缩机—关排风—退出工作软件—关闭主机电源—关闭电脑—填写仪器使用记录。

### 仪器基本操作（教师演示，学生操作练习）

- 按照上述仪器操作步骤开机
- 空心阴极灯的安装（灯的选择、安装方法）：小心取出镁空心阴极灯，将其灯脚对准灯电源插座，并且灯的键体对准电源插座的键槽，轻轻插入。如果感觉插入困难，说明操作有误，拔出重新安装。

- 光源对光;
- 波长调节;
- 燃烧器对光;
- 调节燃烧器的位置;
- 工作软件的使用;
- 灯的预热: 灯电流的选择-按仪器推荐电流;
- 波长的选择 285.2nm;
- 狭缝选择 0.4nm。

### 操作注意

(在教师演示过程中讲解操作注意事项, 在每一操作步骤进行时提醒学生注意之处)

- (1) 点火时先开空气, 后开乙炔。关机时先关乙炔后关空气。
- (2) 完成寻峰, 点火之前有时需要调节燃烧器的位置, 使空心阴极灯发出的光线在燃烧缝的正上方, 与之平行。
  - (1) 与氮气、空气、氧气钢瓶不同, 乙炔钢瓶内充活性炭与丙酮, 乙炔溶解在丙酮中, 使用时不可完全用完, 必须留出 0.5MPa, 否则乙炔挥发进入火焰是背景增大, 燃烧不稳定。
  - (2) 仪器在接入电源时应有良好的接地。
  - (3) 原子吸收分析中经常接触电器设备, 高压钢瓶, 使用明火, 因此应时刻注意安全, 掌握必要的电器常识, 急救知识, 灭火器的使用。
  - (4) 安装好空心阴极灯后应将灯室门关闭, 灯在转动时不得将手放入灯室内。
  - (5) 当按下点火按钮时应确保其他人员手、脸不在燃烧室上方, 最好关闭燃烧室防护罩。
  - (6) 不得在火焰上放置任何东西, 或将火焰挪作他用。
  - (7) 在燃烧过程中不可用手接触燃烧器。测定过程中最好将燃烧室防护罩关闭, 高温火焰可能产生紫外线, 灼伤人的眼睛。
  - (8) 火焰熄灭后燃烧器仍有高温, 20 分钟内不可触摸。

### 紧急情况处理

- 试验过程中如发生气体泄漏, 停电等紧急情况应首先按下紧急熄火开关, 关闭乙炔钢瓶总阀, 打开实验室窗户, 检查事故的原因排除后重新开始。
- 仪器内部设置了完整的安全保护装置, 包括燃气泄漏报警器 (当有燃气泄漏时仪器会发出警报声); 空气压力检测 (当空气压力低于 2.0bar, 仪器报警); 废液液位检测; 火焰状态监测。只有当全部的安全装置都处在正常状态下时, 仪器才能点火测量。任何异常情况都

可能使火焰熄灭，并提供报警信号。

### 常见故障及排除

| 故障现象                           | 可能原因   | 解决办法   |
|--------------------------------|--|--|
| 仪器不通电                          | 1、室内总电源无电；<br>2、电源插头脱落、松动；<br>3、仪器保险丝熔断。   | 检查电路中的各个环节，更换保险丝。  |
| 初始化中波长电机出现“×”                  | 1、检查空心阴极灯是否安装并点亮；<br>2、光路中有物体挡光；<br>3、主机与计算机通信系统联系中断。  | 1、重新安装灯；<br>2、取出光路中的挡光物；<br>3、重新启动仪器。  |
| 元素灯不亮                          | 1、检查灯电源连线是否脱焊；<br>2、灯电源插座松动；<br>3、空心阴极灯损坏。   | 1、重新安装空心阴极灯；<br>2、更换灯位重新安装；<br>3、换另一只灯试试。  |
| 寻峰时能量过低，能量超上限                  | 1、元素灯不亮；<br>2、元素灯位置不对；<br>3、分析线选择错误；<br>4、光路中有挡光物；<br>5、灯老化，发射强度低  | 1、重新安装空心阴极灯；<br>2、重新设置灯位；<br>3、选择最灵敏线；<br>4、移开挡光物；<br>5、更换新灯。  |
| 点击“点火”按钮，点火器无高压放电打火            | 1、空气无压力或压力不足；<br>2、乙炔未开启或压力过小<br>3、废液液位过低；<br>4、紧急灭火开关点亮；<br>5、乙炔泄漏，报警。<br>6、有强光照射在火焰探头上。                  | 1、检查空气压缩机出口压力；<br>2、检查乙炔出口压力；<br>3、向废液排放安全联锁装置中倒入蒸馏水；<br>4、按紧急灭火开关使其熄灭；<br>5、关闭乙炔，检查管路，打开门窗。<br>6、移开挡光物。 |
| 点击“点火”按钮，点火器有高压放电打火，但燃烧器火焰不能点燃 | 1、乙炔未开启或压力过小；<br>2、管路过长，乙炔未进入仪器；<br>3、有强光照射在火焰探头上。<br>4、燃气流量不合适；   | 1、2、检查并调节乙炔压力至正常值；重复多次点火。<br>3、挡住照射在火焰探头上的强光；<br>4、调整燃气流量。   |
| 测试基线不稳定、噪声大                    | 1、仪器能量低，光电倍增管负高压过高；<br>2、波长不准确；<br>3、元素灯发射不稳定；<br>4、外电压不稳定、工作台振动。  | 1、检查灯电流是否合适，如不正常重新设置；<br>2、寻峰是否正常，如不正常重新寻峰；<br>3、更换已知灯试试；<br>4、检查稳压电源保证其正常工作，移开震源。                       |
| 测试时吸光度很低或无吸光度                  | 1、燃烧缝没有对准光路；<br>2、燃烧器高度不合适；<br>3、乙炔流量不合适；<br>4、分析波长不正确；<br>5、能量值很低或已经饱和；<br>6、吸液毛细管堵塞，雾化器不喷雾；<br>7、样品含量过低。 | 1、调整燃烧器；<br>2、升高燃烧器高度；<br>3、调整乙炔流量；<br>4、检查调整分析波长；<br>5、进行能量平衡；<br>6、拆下并清洗毛细管；<br>7、重新处理样品。              |

|                  |  |  |
|------------------|--|--|
| 测试时火焰不稳定         | 1、空压机出口压力不稳；<br>2、乙炔压力很低、流量不稳；<br>3、燃烧缝有盐类结晶，火焰呈锯齿状；<br>4、仪器周围有风。    | 1、检查空压机压力表；<br>2、更换乙炔钢瓶；<br>3、清洗燃烧器；<br>4、打开排风，关闭门窗。 |
| 点击计算机功能键，仪器不执行命令 | 1、计算机与主机处于脱机工作状态；<br>2、主机在执行其他命令还没有结束；<br>3、通信电缆松动；<br>4、计算机死机，病毒侵害。 | 1、重新开机；<br>2、关闭其它命令或等待；<br>3、重新连接通信电缆；<br>4、重启计算机。   |

### 仪器的维护保养：

- 开机前，检查电路的接触，气路的密封性；测量过程中应注意使用蒸馏水校零；废液瓶中的废液不应流出；日常工作后应用蒸馏水吸喷 5~10min 进行清洗；仪器点火时，先开助燃气，然后开燃气；关闭时先关燃气，然后关助燃气；乙炔钢瓶工作时应直立，严禁剧烈振动和撞击，防止日晒雨淋。

### 学生操作

- 对照教师讲解的方法，解决操作中出现的問題。（教师可设置一些常见故障，由学生自行解决）

原子吸收分光光度计为何能够测定原子的吸光度，结构及原理是什么？

### 原子吸收分光光度计的结构：（教师讲解）

- 光源 作用：产生原子吸收所需要的特征辐射。要求：光强大；稳定；背景小；寿命长；价格便宜。种类：空心阴极灯、无极放电灯、蒸气放电灯及激光光源灯。
- 原子化系统 作用：将试样中待测元素变成气态的基态原子。种类：火焰原子化器；无火焰原子化器。火焰原子化器包括雾化器、预混合室、燃烧器。火焰类型：a. 空气-乙炔火焰；b. N<sub>2</sub>O-乙炔火焰。
- 分光系统（单色器） 作用：将待测元素的吸收线与邻近线分开。组成：入射狭缝，出射狭缝和色散元件（棱镜或光栅）。
- 检测系统 作用：将吸收信号转变为电信号读出。组成：检测系统由光电元件，放大器和显示装置等。主要部件：光电倍增管。
- 空心阴极灯
- 原子吸收所用光源—空心阴极灯的结构：阴极—待测元素金属或合金；阳极：钨棒上镶钛丝或钽片；管内充有几百帕低压惰性气体（氖或氩）。

- 空心阴极灯的工作原理：当在两电极施加 300~500V 电压时，阴极灯开始辉光放电。电子从空心阴极射向阳极，并与周围惰性气体碰撞使之电离。所产生的惰性气体的阳离子获得足够能量，在电场作用下撞击阴极内壁，使阴极表面上的自由原子溅射出来，溅射出的金属原子再与电子、正离子、气体原子碰撞而被激发，当激发态原子返回基态时，辐射出特征频率的锐线光谱。
- 空心阴极灯的操作参数—灯电流的设置：灯的供电方式有直流供电与脉冲供电两种方式。如采用直流供电应有机械调制光源的装置，目的是消除原子化器的直流发射。工作电流的选择应合适，因为增大电流虽可增加发光强度，但同时也使锐线光强度下降，背景增大，缩短灯寿命；而灯电流过小，又使发光强度减弱，导致稳定性、信噪比下降。实际工作中可采用仪器推荐电流、实验方法中提供。实验中应特别注意不能超过最大灯电流。
- 空心阴极灯选择的原则—与测定元素相同（每一元素对应一个灯）。
- 空心阴极灯的使用注意事项：A 空心阴极灯使用前应预热 20min~30min 以上；B 灯在点燃后可从灯的阴极辉光的颜色判断灯的工作是否正常；（充氖气，橙红色；充氩气，淡紫色；汞灯是蓝色。灯内有杂质气体时，负辉光颜色变淡，如充氖气的灯颜色可变为粉红，发蓝或发白，此时应对灯进行处理。）C 元素灯长期不用，应定期（每月或每隔二、三个月）点燃处理，即在工作电流下点燃 1h。若灯内有杂质气体，辉光不正常，可进行反接处理。D 使用元素灯时，应轻拿轻放。低熔点的灯用完后，要等冷却后才能移动。E 为了使空心阴极灯发射强度稳定，要保持空心阴极灯石英窗口洁净，点亮后要盖好灯室盖。
- 空心阴极灯调试的目的：使空心阴极灯发出的光通过仪器光路的中心，以获得最大光能量。
- 空心阴极灯调试的方法：装入空心阴极灯，调节灯的上下、左右及旋转调节杆，使能量表指示为最大值。
- 燃烧器对光：灯调节好后，进行燃烧器对光，调节燃烧器的旋转调节杆、前后调节钮使燃烧器的燃烧缝与光源发出的光束平行，并在光束的正下方。

## 原子化器

- 作用：将试样中待测元素变成气态的基态原子。
- 分类：火焰原子化法和非火焰原子化法两种
- 火焰原子化器由雾化器、预混合室和燃烧器等部分组成。
- 雾化器工作原理：压缩空气作为助燃气高速通过毛细管外壁与喷嘴口构成的环形间隙时，

在毛细管出口的尖端处形成一个负压区，于是试液沿毛细管吸入并被快速通入的助燃气分散成小雾滴。喷出的雾滴撞击在距毛细管喷口前端几毫米处的撞击球上，进一步分散成更为细小的细雾。（动画）

- 火焰种类及气源设备：（1）空气-乙炔火焰 最高温度约为 2300℃，适合常见元素测定。  
（2）N<sub>2</sub>O-乙炔火焰 火焰温度达 3000℃左右，适合能生成难熔氧化物的元素测定。
- 空气由空气压缩机提供，出口压力 0.25-0.3 MPa.
- 乙炔由乙炔钢瓶提供，乙炔溶于吸附在活性炭上的丙酮内，乙炔钢瓶使用至 0.5MPa 就应重新充气。乙炔出口压力调节至 0.05 MPa

### 分光系统

- 结构：入射狭缝，出射狭缝和色散元件（棱镜或光栅）
- 作用 将待测元素的吸收线与邻近谱线分开。
- 光谱通带是指单色器出射光谱所包含的波长范围，它由光栅线色散率的倒数（又称倒线色散率）和出射狭缝宽度所决定，其关系为：

- 光谱通带=缝宽（mm）×线色散率倒数（nm·mm<sup>-1</sup>）

- 工作原理：

### 检测系统

- 结构 光电元件，放大器和显示装置等组成。
- 作用 将光信号转换为电信号，并放大、显示。
- 光电倍增管的工作原理（动画）

### 原子吸收分光光度计的类型：（教师讲解）

- 单道单光束型：仪器只有一个光源，一个单色器，一个显示系统，每次只能测一种元素。  
特点：这类仪器简单，操作方便，体积小，价格低，能满足一般原子吸收分析的要求。
- 单道双光束型：双光束型是指从光源发出的光被切光器分成两束强度相等的光，一束为样品光束通过原子化器被基态原子部分吸收；另一束只作为参比光束不通过原子化器，其光强度不被减弱。两束光被原子化器后面的反射镜反射后，交替地进入同一单色器和检测器。检测器将接受到的脉冲信号进行光电转换，并由放大器放大，最后由读出装置显示。特点：能够消除光源的波动带来的影响。但不能消除火焰扰动和背景吸收影响。
- 双道单光束型：仪器有两个不同光源，两个单色器，两个检测显示系统，而光束只有一路。  
特点：一次可测两种元素，并可进行背景吸收扣除。
- 双道双光束型：这类仪器有两个光源，两套独立的单色器和检测显示系统。但每一光源发

出的光都分为两个光束，一束为样品光束，通过原子化器；一束为参比光束，不通过原子化器。这类仪器可以同时测定两种元素，能消除光源强度波动的影响及原子化系统的干扰，准确度高，稳定性好，但仪器结构复杂。

- 多道原子吸收分光光度计。

□

## 技能提高

- 阅读其他型号仪器说明书，对照说明书操作仪器。比较不同型号仪器的操作异同。

## 总结

- 测定元素：部分金属元素与非金属元素。
- 为什么能测定这些元素？光吸收定律。
- 仪器结构：四个部分
- 样品的状态：火焰原子化法—溶液；无火焰原子化法—固体或溶液。
- 空心阴极灯安装调节的目的、方法；
- 仪器开机操作方法；
- 使用维护注意事项。

## 思考题

- 每个元素测量时所选择的波长、狭缝、灯电流是否应一样呢？
- 如何利用仪器测定元素的浓度？