

原子吸收光谱法之

任务7 葡萄糖酸锌口服液中锌含量的测定

教学任务

- 选择最佳实验条件；
- 采用合适的定量方法测定元素含量；
- 测定结果的验证。

教学方法

- 学生查阅资料、确定试验方案、完成实验、结果总结。

教学学时

- 每 20 人一学习组，每 2 人一台仪器，12 学时。

教学设计

课程引入，教师简介葡萄糖酸锌口服液主要成分，作用



任务介绍，对课程任务的内容作简单介绍



讲解样品采集，试样处理技术



教师介绍分析方法验证的内容，灵敏度、检出限、回收率



学生分组，查阅文献，讨论实验内容、实验方案



教师检查试验方案的合理性，提出修改意见



学生讨论修改实验方案



确定实验内容、实验方案



实施实验方案



各组实验数据的集中展示



讨论实验结果，教师总结



学生提出实验中的问题，教师解答

课程引入

葡萄糖酸锌口服液是一种常用的小儿补锌制剂。处方中含有葡萄糖酸锌、蔗糖、蜂蜜、枸橼酸等多种组分。每 100mL 中含锌 30—40mg。葡萄糖酸锌口服液中锌的测定可以采用配合滴定法，但操作复杂，干扰严重。

原子吸收测定微量元素含量具有灵敏度高，选择性好等特点，

本任务的目的是准确测定葡萄糖酸锌口服液中锌的含量。

任务介绍

本次任务的目的是通过实验测定葡萄糖酸锌口服液中锌含量，选择条件适宜的实验条件，建立完整的试验方法。并对测定方法及测定结果的主要性能指标进行验证。

取样技术

- 样品的采集是获得准确测量结果的前提。
- 取样要有代表性，即从整体中取出的少量样品能够反映被测对象的总体状况。
- 用于原子吸收分析的样品在采样、包装、运输、碎样等过程中
- 要防止污染，污染主要来源于容器、空气、水和所用试剂。

样品制备

- 前处理：
 - 液体样品—过滤、酸化、摇匀。
 - 固体样品—粉碎、混匀，备用。
- 试样溶液的制备（样品预处理）：
 - 易溶于水或稀酸的样品—定量称样，加水或酸溶解制成溶液；
 - 不溶于水或稀酸的样品可采用干灰化、湿消化法处理。
- 样品保存：样品通过加工制成分析试样后，其化学组成必须与原始样一致。样品溶液应置于聚乙烯容器中，并维持必要的酸度，存放于清洁、低温、阴暗处。

干法灰化

- 干法灰化是在较高温度下，用氧来氧化样品。具体做法是：准确称取一定量样品，放在石英坩锅或铂坩锅中，于 80~150℃ 低温加热，赶走大量有机物，然后放于高温炉中，加热至 450~550℃ 进行灰化处理。冷却后再将灰分用 HNO_3 、 HCl 或其他溶剂进行溶解。如有必要则加热溶液以使残渣溶解完全，最后转移到容量瓶中，稀释至标线。

- 干法灰化技术简单，可处理大量样品，一般不受污染。广泛用于无机分析前破坏样品中有有机物。这种方法不适于易挥发元素，如 Hg、As、Pb、Sn、Sb 等的测定，因为这些元素在灰化过程中损失严重。

湿法消化湿法消化是在样品升温下用合适的酸加以氧化。

- 最常用的氧化剂是： HNO_3 、 H_2SO_4 和 HClO_4 它们可以单独使用也可以混合使用，如 HNO_3+HCl 、 $\text{HNO}_3+\text{HClO}_4$ 和 $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{SO}_4$ 等，其中最常用的混合酸是 $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{SO}_4+\text{HClO}_4$ （体积比为 3:1:1）。
- 湿法消化样品损失少，不过 Hg、Se、As 等易挥发元素不能完全避免。湿法消化时由于加入试剂，故污染可能性比干法灰化大，而且需要小心操作。

试验方法验证的内容（教师讲解）

- 实验方法的灵敏度，检出限，稳定性等是衡量实验方法优劣的主要指标。

- 灵敏度：工作曲线的斜率 $S = \frac{dA}{dC}$ 或 $S = \frac{dA}{dm}$ 。

- 火焰原子吸收分析中常用特征浓度表示 $C_c = \frac{C \times 0.0044}{A}$ 即能产生 1% 吸收所对应的待测溶液的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

- 检出限：能给出 3 倍标准偏差的吸光度所对应的待测元素浓度。 $D_c = \frac{C \times 3\sigma}{A}$ 检出限与仪器噪声有关，噪声越大，检出限越高。

- 噪声：仪器稳定性指标， $\sigma = \sqrt{\frac{\sum (A_i - \bar{A})^2}{n-1}}$ ，通常可用一定时间内空白溶液的最大吸光度与最小吸光度之差表示。

- 回收率：用于评价方法的准确度，两种表示方法：

$$\text{回收率} = \frac{\text{含量测定值}}{\text{含量真实值}} \times 100\%$$

$$\text{回收率} = \frac{\text{加标测定值} - \text{未加标测定值}}{\text{加标量}} \times 100\%。$$

回收率越接近 100% 方法越准确。

- 灵敏度与特征浓度之间的关系：灵敏度越高，特征浓度越小。

任务安排

每 4 人一组确定测定的元素，各组测定的元素可以相同也可不同。然后查阅文献，制定试验方

案，经教师检查方案可行后按照方案实施。选出最佳实验条件（通过实验），样品处理，完成测定任务。最后对测定方法、测定结果进行验证。验证内容：灵敏度、检出限、精密度、回收率。

实验结果集中展示

每组选出一名代表介绍本组的实验设计，实验结果，实验验证的情况。其他组同学对他们的实验提出问题，进行评价，由组内成员解答。

讨论总结实验的成功与不足，找出原因，提出解决方法。（教师参与讨论）

教师解疑

集中回答学生的疑问，结合理论与实际操作分析实验中的现象与结论。