

# 如何使用好原子吸收光谱仪

山西省农产品质量安全检验监测中心 张 静

**摘 要** 通过对原子吸收光谱仪的工作条件和开机的准备条件进行归纳,阐述了火焰原子吸收分析最佳条件的选择方法及石墨炉原子吸收分析最佳条件的选择方法。

**关键词** 原子吸收光谱仪 条件 选择方法

**中图分类号** TH744.12 **文献标志码** B

原子吸收光谱分析自 1955 年问世以来,发展迅速,应用范围不断扩大,目前已成为分析化学领域中一种重要的分析方法。原子吸收光谱仪是一种高精密的光学仪器,合理的安装、维护、保养及正确的使用是做好原子吸收光谱分析的基础。

## 1 仪器的工作条件及注意事项

### 1.1 环境条件

原子吸收光谱仪的工作环境要求防尘、防湿、避震、避免光线直接强烈照射,应远离热源、电风扇、烟尘。工作温度要求  $5\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$  较恒定的温度,室温波动小于  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 。工作湿度为  $20\% \sim 80\%$ ,以  $60\%$  为最好,当空气湿度高时波长易发生漂移,致使寻峰失败,建议实验室配空调,但要避免空调直接吹到光谱仪。要防止工作环境中有腐蚀性气体,燃烧器和石墨炉上方应安装良好的排风设备。溢出的溶液要及时清除。

### 1.2 电源条件

原子吸收光谱仪推荐接  $2\text{ kVA}$  交流单相净化稳压电源,可与计算机电源同相。石墨炉电源  $7.2\text{ kVA}$  单独接一相,铜线线粗要求大于  $6\text{ m}^2$ ,在配电箱上用  $45\text{ A}$  空气开关保护,不要与光谱仪电源同相。空气压缩机、排风机、空调及循环水等设备的电流要求不与光谱仪与石墨炉同相。光谱仪需单独接地,接地电阻小于  $5\text{ }\Omega$ 。

### 1.3 气源条件

空气要采用无油去湿滤尘空气压缩机,要及时排除分液罐中积水。乙炔气要求纯度  $98.5\%$ ,杂质中硫和磷含量小于  $15\text{ ppm}$ ,水分量小于  $100\text{ ppm}$ 。通常可用市售可靠的工业普通乙炔,有条件可用分析纯乙

炔。建议加装乙炔防回火器。压力小于  $0.7\text{ MPa}$  要更换,否则光谱仪的灵敏度会降低,因金属铜与乙炔会形成易爆化合物,气路中切勿使用铜合金过滤网或过滤膜。更换气体前,关闭光谱仪和附件电源,关闭气源,排除管内剩余气体。为了确保分析质量和石墨管的寿命,氩气纯度要  $99.995\%$ ,建议不用氮气。笑气一般可用医用笑气,要想取得更好的分析结果,推荐用 AAS 专用笑气,调压阀需用电加热装置。

### 1.4 仪器的准备条件及注意事项

**1.4.1 火焰雾化器废液排放应顺畅** 排液管不能二次积液,不要浸没在液面下。雾化室积液会使雾粒严重损失,灵敏度急剧下降。积液严重还会堵塞气路造成回火爆炸。

**1.4.2 分析前应充分预热光谱仪及空心阴极灯** 点着火焰后吸喷溶液到平衡。当空心阴极灯未预热平衡时,其强度的变化和零信号漂移,可用仪器的双光束系统进行校正。

**1.4.3 正确设置灯电流** 灯在寻峰时应启用自动准直功能,避免光路偏离致使能量损失,甚至造成寻峰失败。

**1.4.4 阴极灯与氙灯的能量匹配** 可通过调节空心阴极灯电流的大小来实现。

**1.4.5 灯转盘错位** 当灯转盘错位,灯峰偏离寻峰失败时,可通过重新开机初始化灯位来恢复。

**1.4.6 炉位不能正常升降** 炉位不能正常升降时可通过清洗、润滑机械部分来恢复。

**1.4.7 石墨炉体系应做定期维护** 每两周让石墨炉进行一次操作。石墨锥、光学控温透镜、两侧的石英窗应保持清洁,石墨炉自动进样针位置直接影响分析的精密度和准确度,如调整不当,将导致错误结果,甚至

[收稿日期] 2006-05-11 [邮编] 030001

[作者简介] 张 静(1963-),女,山西武乡人,高级农艺师,主要从事农业技术检验和农产品质检。

损坏石墨管。自动进样针应保持干净,如有污物自动进样针会挂水,这将使进样量不准并会导致信号重现性变差,可用酒精棉棒擦拭进样针,或在自动进样器清洗槽中滴加几滴1%的稀硝酸冲洗。进样量的深度与进样量相关,进样量 $10\mu\text{l}$ 时进样针应距石墨管底部 $1/4$ 处。进样量 $20\mu\text{l}$ 时进样针应距石墨管底部 $1/3$ 处。如果加基体改进剂进样针的位置可再高一些。石墨炉系统不能检测到石墨管的型号,你必须确保方法中选择石墨管型号与实际使用型号一致,如选错石墨管型号有可能损坏石墨管及石墨炉体。如石墨管使用寿命变短,应检查炉底温度控制系统的透镜及窗口是否变脏、炉头是否漏气进水、样品是否过高及氩气纯度是否达标。循环冷却水温度不宜设定过低,应设在室温的 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右,温差过大会在炉体产生水雾影响测定。压力在 $0.14\sim 0.7\text{ MPa}$ 之间,注意循环水压力不能超过 $0.7\text{ MPa}$ ,最小流量为 $0.7\text{ L/min}$

## 2 火焰原子吸收分析最佳条件的选择

### 2.1 分析线

在火焰原子吸收分析中,为获得较高的灵敏度、稳定性和较宽的线性范围及无干扰或少干扰的测定条件,须选择合适的分析线,选择方法是参考波长表,扫描元素灯的发射光谱,确定有几条可供选择的谱线。吸喷适当浓度的标准溶液,观测吸收值的大小、稳定性及工作曲线线性范围,综合加以考虑。最适合的分析线,要通过实验决定。

**2.1.1 灵敏度** 原子吸收分析通常用于微量元素的分析,一般选择最灵敏的分析线。而测定高含量元素时,可选用次灵敏线。

**2.1.2 稳定性** 选用不同的分析线,测定的稳定性是有差别的,在灵敏度能满足的情况下,应从测定的稳定性来考虑分析线的选择。

**2.1.3 干扰程度** 选择分析线,应当避免可能的谱线干扰。当分析线附近的其他非分析线进入光谱带宽内时,将使灵敏度降低和工作曲线弯曲,当最灵敏线的分析线受到较大干扰,难于保证测定的准确度时,应采用次灵敏线以避免干扰。

**2.1.4 线性范围** 实际分析中,总是希望获得直线性好、线性范围宽的工作曲线,以适应于较宽的浓度或含量区间。

### 2.2 光谱通带宽

光谱通带宽的选择是通过改变仪器狭缝来实现的。选择光谱通带宽既要考虑谱线的纯度,又要照顾

到光强度。光谱通带宽的选择原则是,在保证只有分析线通过出射狭缝到达检测器的前提下,尽可能选用较宽的光谱通带宽,以获得较好的信噪比和稳定的读数。

### 2.3 灯电流

原子吸收分析要求光源能发射强而锐的共振线。空心阴极灯的发射特性依赖于灯电流。为了能得到较高的灵敏度和稳定性,就要选择合适的灯电流,对微量元素分析,应在保证读数稳定的前提下尽量选用小一些的灯电流以获得足够高的灵敏度。对高含量元素的分析,应在保证有足够灵敏度的前提下尽量选用大一点的灯电流,以获得足够高的精密度。在空心阴极灯的标签上通常都标有额定(最大)工作电流。在日常分析工作中,一般选用额定电流的 $20\%\sim 60\%$ 比较合适。通常是通过测定吸光度随工作电流的变化曲线来选择适宜的灯电流。

### 2.4 燃气与助燃气

火焰的温度和气氛直接影响原子化效率,为了获得较高的原子化效率,需要选择适宜的火焰条件,可通过选择燃助比来实现。

**2.4.1 贫燃火焰** 火焰燃烧充分,火焰温度高,但燃烧不稳定,测定重现性差,高温区和原子化区很窄,不具有还原性。燃助比(乙炔:空气)在 $1:6$ 以上,火焰处于贫焰状态。测定高熔点的惰性元素(金、银、镓、铟等)宜用贫燃火焰。

**2.4.2 化学计量火焰** 火焰层次清晰,噪声小,背景低,火焰稳定,稍有还原性,适宜热解离,其燃助比为 $1:4$ 左右。在这种火焰状态下测定,具有较高的灵敏度和精密度。多数元素宜用化学计量火焰。

**2.4.3 微富燃(发亮)火焰** 靠近燃烧头处,有 $5\sim 10\text{ mm}$ 黄色亮光的火焰,层次稍模糊,火焰温度较化学计量火焰低而还原性较强,燃助比小于 $1:4$ 。用此种火焰测定钙、锶、铁等,可获得较好的灵敏度且干扰较少。

**2.4.4 富燃火焰** 有大于 $10\text{ mm}$ 黄色发亮的火焰,火焰温度低,层次模糊,还原性强,电子密度较高,其助燃比小于 $1:3$ 。火焰法测铬、钼、锡等元素须用此种火焰。

**2.4.5 燃烧器高度** 不同的被测元素需要不同的火焰类型。由于火焰不同区域具有不同的温度和不同的氧化性和还原性,因此火焰不同区域的被测元素自由原子密度及干扰成分浓度也不同。为了获得较高的灵敏度和避免干扰,应选择最佳观测高度,即让光束火

焰中原子密度最大的区域通过。最佳的燃烧器高度可以通过实验选定，通常是在固定燃助比的条件下，改变燃烧器的高度，测定吸光度随燃烧器高度的变化曲线，根据此曲线来确定最佳燃烧器高度。

### 3 石墨炉原子吸收分析最佳条件的选择

石墨炉原子吸收分析有关灯电流、光谱通带及分析线的选择原则和方法与火焰法相同。由于石墨管孔径小、光损失大；石墨管热辐射强，通常使用窄光谱带宽和低光阑；为满足脉冲信号测量的要求，采用快速响应电路。因此，石墨炉原子化器与光源间的对光调整要比火焰法更为重要。石墨炉的定位程序通常是，先把石墨炉移开，将元素灯对光调整好，使元素灯透过率调到 100%。取下石墨炉，封闭两端的石英窗，再把石墨炉放回光路中，上下左右前后调节石墨炉位置，使元素灯的光正好通过石墨炉，透过率为 100% 或吸收值为 0，这样光路就调好了，再装上石英窗。

#### 3.1 干燥温度和时间的选择

干燥的温度和时间应根据不同基体的样品进行选择。通常干燥温度应稍高于溶剂的沸点，有时为解决样液飞溅现象，宁可选取稍低于溶剂沸点的温度，而适当延长干燥时间。干燥时间要依进样体积而定。样滴在干燥的过程应该像太阳晒去路面的水一样平静地缩小面积而后干燥，计算这个时间，并在此基础

上再延长 10~20 s，这样来确定干燥时间。

#### 3.2 灰化温度和时间的选择

灰化目的是在保证被测组分没有明显损失的前提下尽量破坏基体组分，除去样品中的易挥发组分，以减少甚至完全消除基体干扰。选择灰化温度和时间的原则是，在保证被测元素不损失的前提下应尽量采取较高的温度和较长的灰化时间。当被测元素与试样基体挥发温度相近时，应使用化学改进剂，提高被测组分的挥发温度和降低基体的挥发温度。

#### 3.3 原子化温度和时间的选择

原子化温度是由元素及其化合物的性质来决定的。原子化温度选择的原则是，在保证获得最大原子吸收信号的前提下尽量使用较低的温度。原子化时间的选择原则是，必须使吸收信号能在原子化阶段回到基线，以此作为原子化的时间。从石墨管使用寿命考虑，应选择尽可能短的原子化时间。

#### 3.4 净化温度和时间的选择

在测定某被测元素前必须设置一个近于或高于某被测元素原子化温度进行空烧净化，直到不产生吸收信号或信号很小为止，空烧时间控制在 3~5 s。在每个测定之后，也要设置一步热除残净化步骤，其温度高于原子化温度 100℃~200℃，时间为 2~3 s，以将前一测定的残留物彻底清除干净，保证不影响下一个测定。

(上接第 7 页)

基础和有利条件，这样就更有利于农业现代化的实现与发展。

### 3 要实现农业现代化，最有利的方式是专业种植和专业经营

专业种植，就是单品种或少品种种植。只有种植的品种少了，才有利于精耕细作和管护经营，有利于精深地研究开发新品种，这样才能有效的提高品质和产量，也才能最大限度地降低成本。专业经营，是指与农业生产有直接关联的各个项目和环节的专业化。例如，种子供应、除草剂的喷洒、肥料的追施、病虫害的治理以及农产品的储运、加工、消化处理等等，这些都能实现专业化经营了，才能做到服务的及时和高质量，而专业经营的规模越大，则获得的效益也就越大。

无论专业种植，还是专业经营，都需要机械来实现，于是农业机械专营户也就应运而生了。农业机械化作业，正像毛主席所说的，凡是能够使用机器操作

的部门和地方，统统使用机械操作。这就需要多品种、多型号、多规格的农业机械来服务，这也就为农业机械的科学研究的提出了大课题。因为实现农业机械化的步骤应该是，向科研工改要机器，工人师傅造机器，农民筹钱购机器，培训技术人才用机器。即应该有的农业机械都有了，工厂也给制造出来了，农民朋友也买回来了，而且还用的很好。这就应该是实现了农业机械化。所以说农业机械是产生于农机科研与工业生产，服务于广大农村的农业战线。这牵扯的面是相当大的。它不仅促进了农机科研事业的大发展，也促进了农机工业的大发展，从而带动了与农业机械化发展相关联的种种事业的大发展。所以说农业机械化的实现和发展对整个国民经济的发展促进作用是不言而喻的。

从以上种种可以看出，农业的根本出路确实在于机械化。也就是说，实现农业机械化是实现农业现代化的根本条件。