

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

张晋芳

实验目的

- 1、掌握以原子吸收分光光度法进行定量测定钙的方法；
- 2、学习奶粉样品的消化处理；
- 3、试验影响测定钙的因素；
- 4、了解原子吸收分光光度计的大致结构并学会其使用方法。

基本原理

AAS是以测量试样蒸气中被测元素的基态原子对相应原子共振线的吸收为基础的分析方法。

将待测元素的试液经火焰原子化（或无火焰原子化，如石墨炉原子化），解离成基态原子蒸气，当待测元素的空心阴极灯（锐线光源）发散出待测元素特征谱线被基态原子所吸收，经单色器分光后，通过检测器得其吸收前后的强度变化，从而求得试样中待测元素的含量。

锐线光源和低浓度时，基态原子蒸气对共振线的吸收符合比尔定律：

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = KLN_0$$

- 式中A: 吸光度, I_0 : 入射光强度, I : 吸收后的透射光强度, K : 吸光系数, L 光程长度, N_0 : 基态原子密度。
- 当火焰温度 $< 3000\text{K}$ 时, 基态原子数 \approx 原子总数, 实验条件固定时, 原子总数: 浓度—恒定的, 即:

- $$A = K'c$$

(AAS定量分析的依据)

原子吸收分光光度计的主要组成部分：

光源——原子化系统——分光系统——检测显示——记录系统

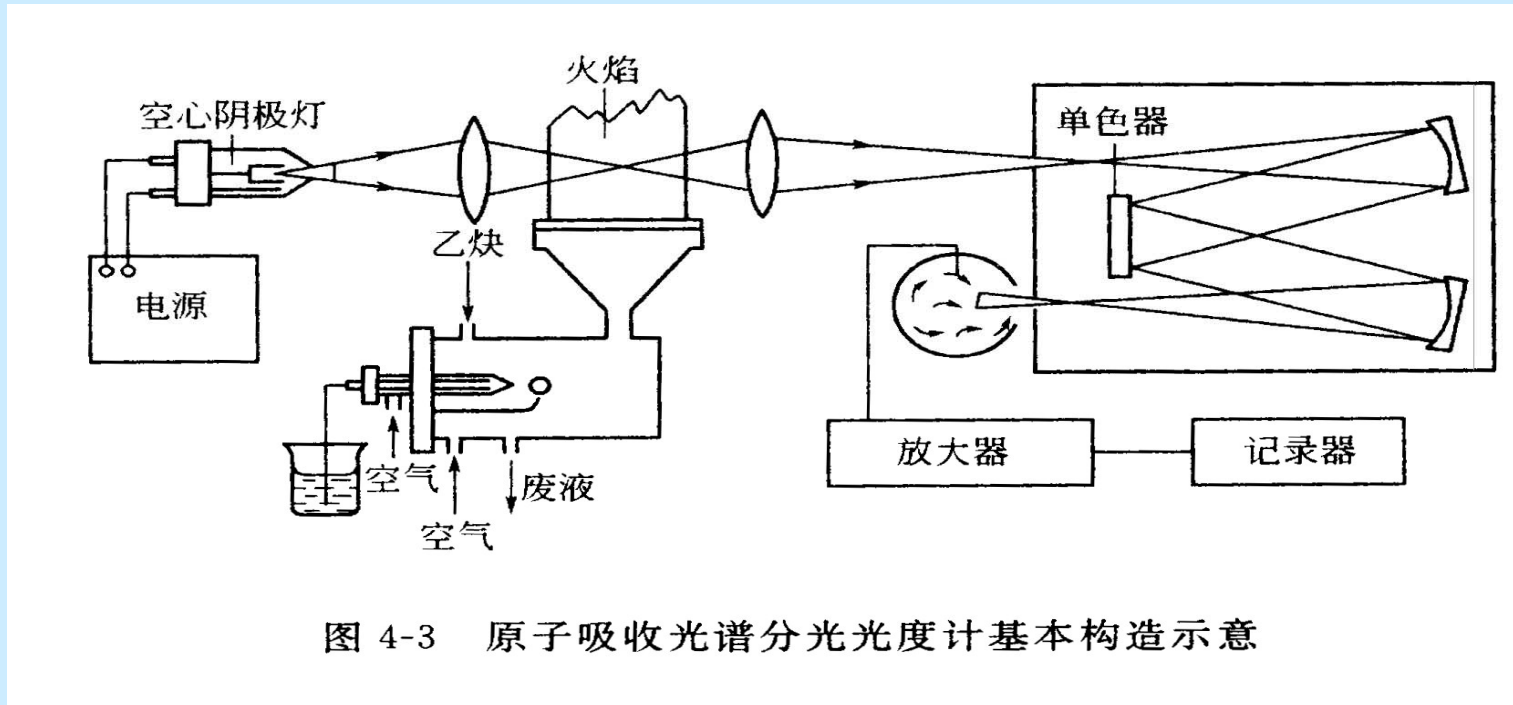


图 4-3 原子吸收光谱分光光度计基本构造示意

- AAS灵敏度高，可达 $10^{-12}\sim 10^{-14}$ g，
- 环境检测、医药卫生、冶金、化工、地质等

分析的相对误差一般为1~2%，
可达0.1~0.5%，

七十多种元素进行痕量测定。

缺点:分析不同的元素，必须换用不同的元素灯。

实验内容

1、标准曲线法测量奶粉中的钙含量

标准溶液的配制及测量——样品的制备及测量（每人一份）

a、试样的制备（同时做空白试验）：

准确称取奶粉0.2000g，几滴水润湿（如有颗粒要研平），加10ml浓HNO₃，盖上表面皿缓缓加热，煮5~10min，棕黄色变淡时，冷却，滴加H₂O₂ 10滴，加热分解，煮5~10min，若试液不清，冷却后补加3ml浓HNO₃后重复上述分解过程，直到消化完全，即试液基本透明。定量转入100ml容量瓶中，定容后，过滤备用。

b、系列标准溶液的配制：

6个50ml容量瓶，依次加入0.50，1.00，1.50，2.00，2.50，3.00ml 100 μg·ml⁻¹钙的工作标准溶液，定容。

2、标准加入法测量奶粉中的钙含量

标准加入法工作溶液的配制：

4个50ml容量瓶，各加入5.00ml试样，再依次加入0.00，1.00，2.00，3.00 ml $100 \mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 钙的工作标准溶液，定容。

3、共存元素影响试验

3个50ml容量瓶，各加入5.00ml试样，再依次加入钾离子液4.00 ml、含磷液4.00 ml、不加其它液（即试样）

另取1个50ml容量瓶，加入5.00ml空白试样（用来仪器的校零）

4、测量吸光度（略）

数据及处理

- 1、由钙的系列标准溶液的吸光度得到标准曲线；
- 2、根据未知试样溶液的吸光度，求出奶粉中的钙含量；
- 3、以标准加入法工作溶液的吸光度绘制工作曲线，并求奶粉中的钙含量（比较两种方法的结果）；
- 4、对共存元素的影响进行讨论。

注意事项

- 1、制备样品时同时做空白试验，加热要缓慢，样品消化必须在通风橱内进行，注意安全。测量前的样品一定要经过过滤。
- 2、做标准曲线时，用去离子水校零；做其它试样时，用空白液校零；
- 3、灯电流不要设太大，1.3 mA较合适；
- 4、灯号对每台仪器不同；
- 5、测量完毕，要用去离子水清洗原子化器，即吸入去离子水几分钟；
- 6、乙炔钢瓶的使用。
- 7、空气压缩机的使用（关闭后小于0.014Mpa,才能再開、及时放水）
- 8、擦净燃烧器狭缝。