



復旦大學 化學系

原子吸收分光光度法測定 奶粉中的鈣

復旦大學
化學教學實驗中心
雷杰





主要内容:



1. 实验目的
2. 实验原理和内容讲解
3. 仪器简介
4. **WFX110 型AAS的使用方法**
5. 思考题





实验目的



掌握以原子吸收分光光度法进行定量测定钙的方法（比较标准曲线法和标准加入法），掌握奶粉的微波消解处理、实验影响测定钙的因素，并了解原子吸收分光光度计和微波消解系统的结构及其使用方法。



实验原理和内容讲解



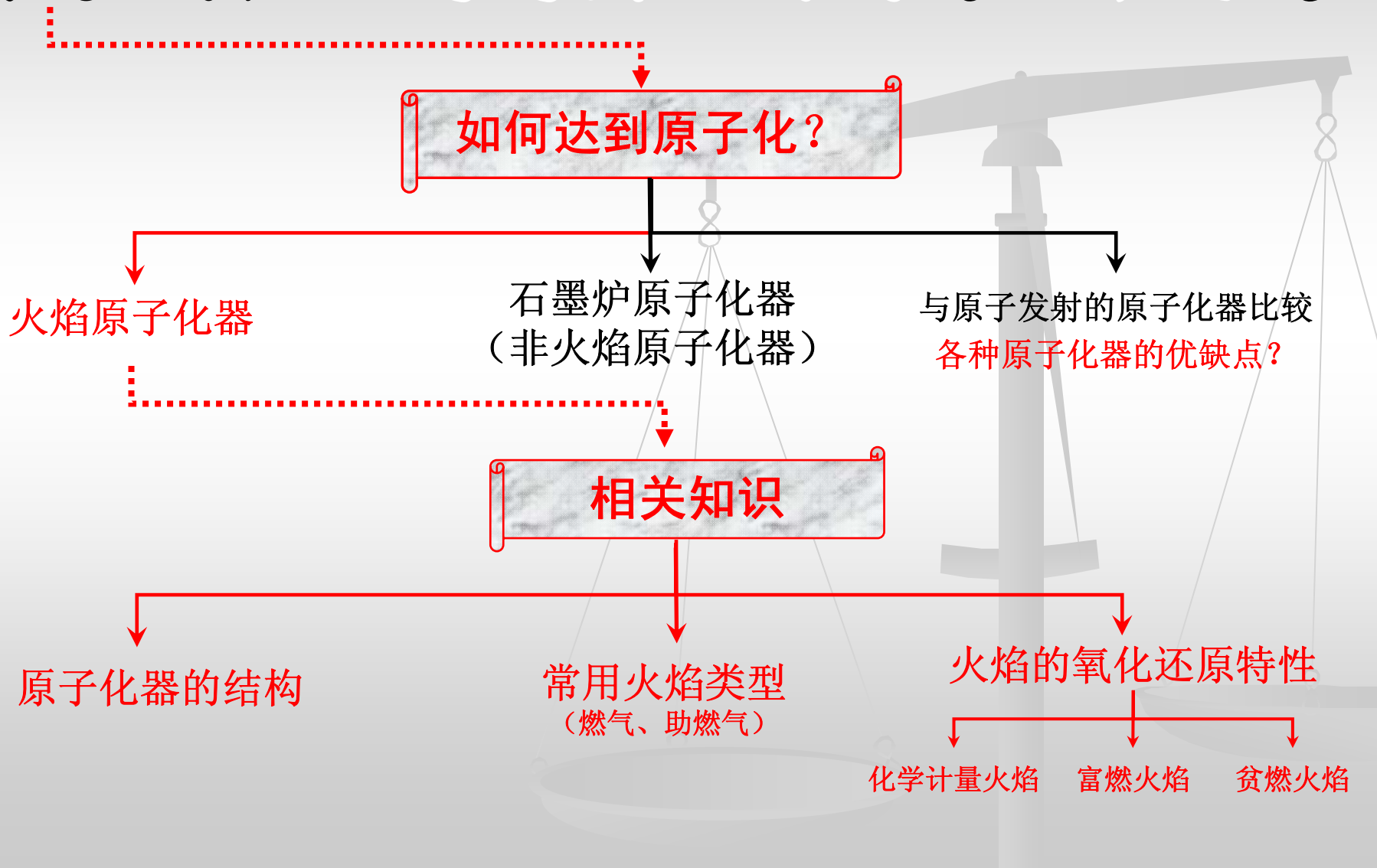
- 授课对象：化学系三年级本科生，每次四人。
- 教学手段：讨论、提问。
 - 同学生一起回顾本学期做过的其他仪分实验，类比、过渡到本次实验；
 - 以实验名称中的关键词“原子”、“吸收”、“奶粉”、“钙”为主线，讨论实验原理、步骤等。



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

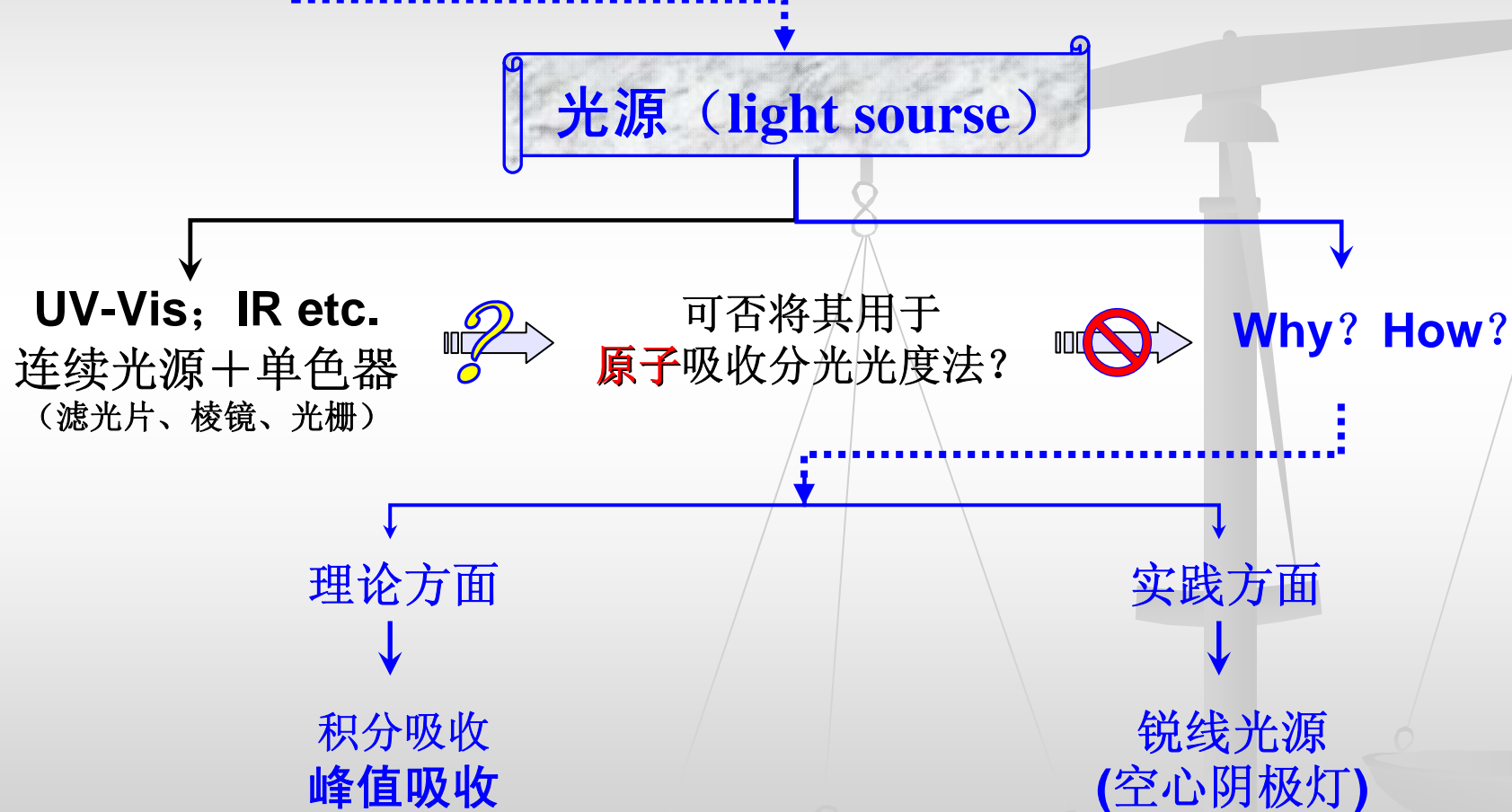




实验原理和内容讲解



原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙

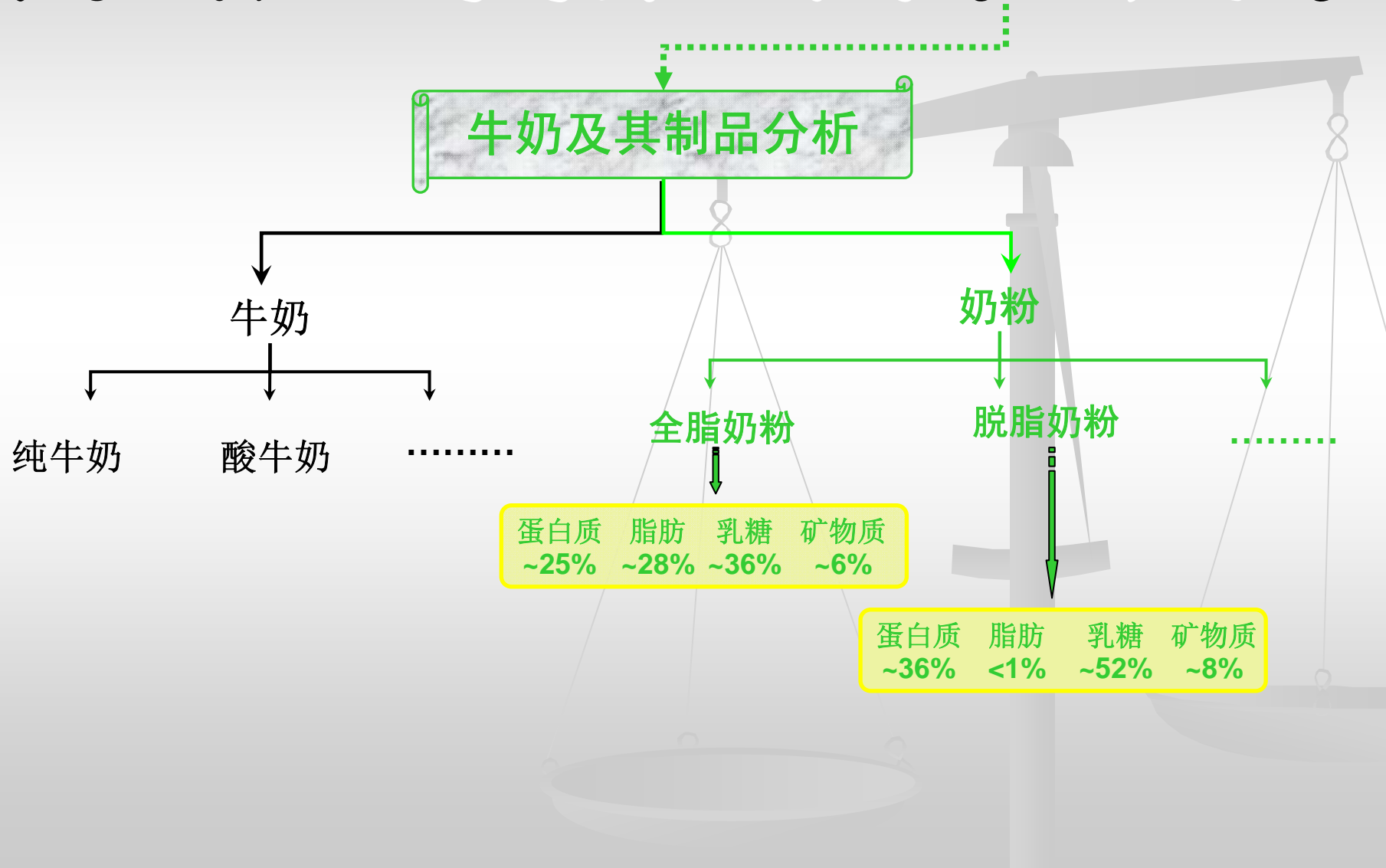




实验原理和内容讲解



原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙

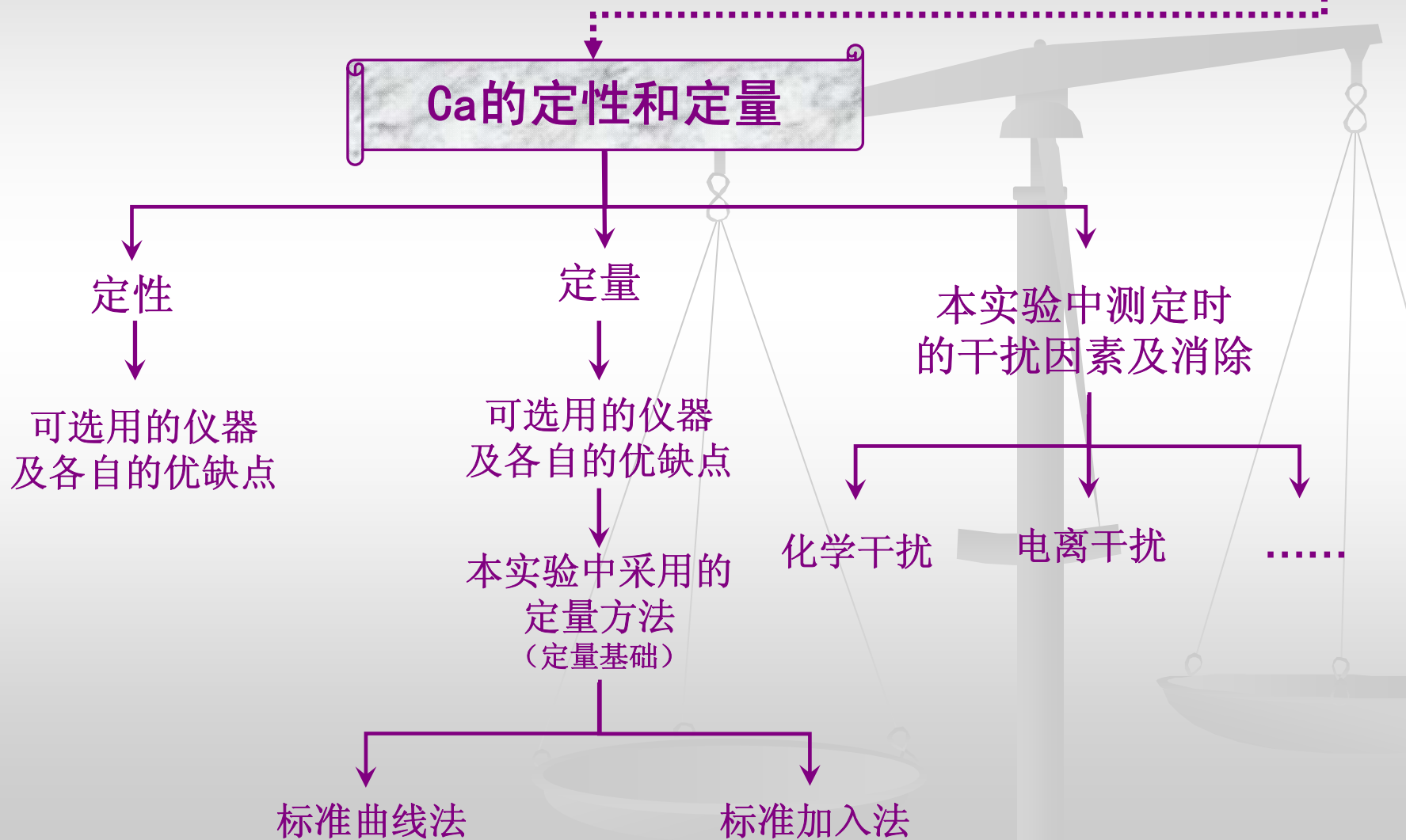




实验原理和内容讲解



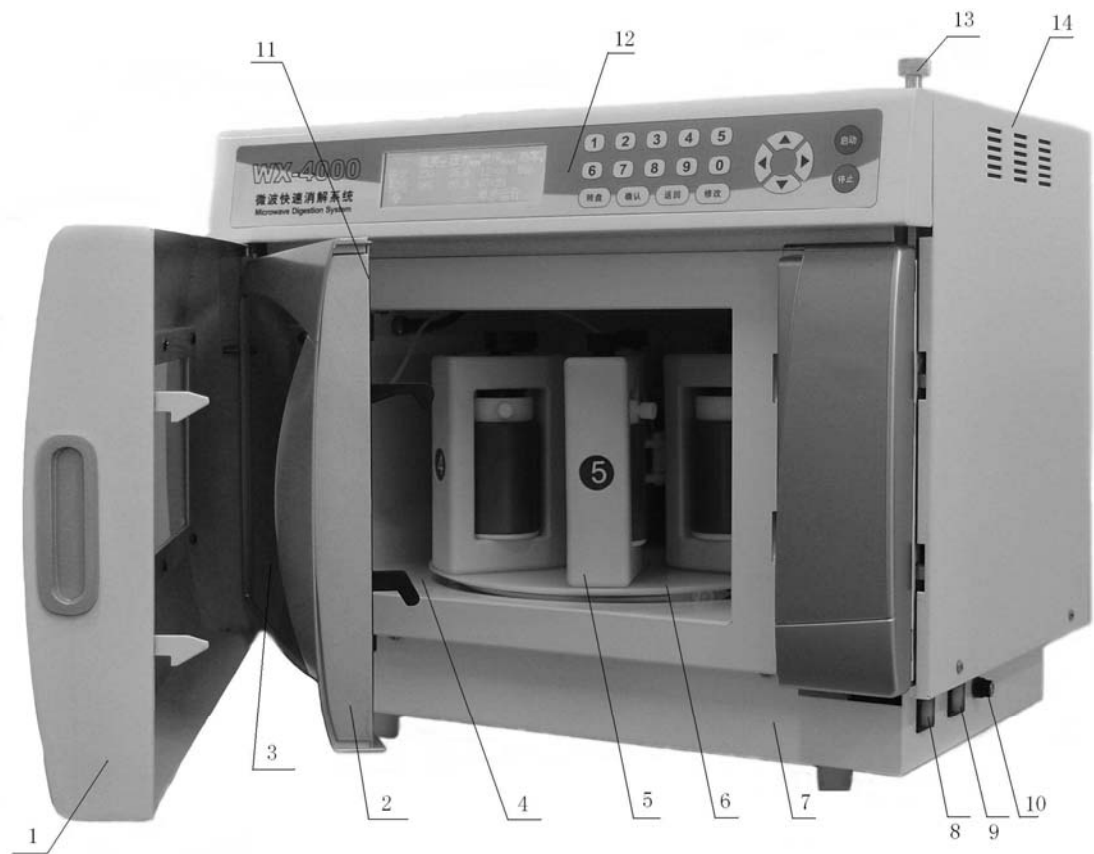
原子吸收分光光度法测定奶粉中的钙



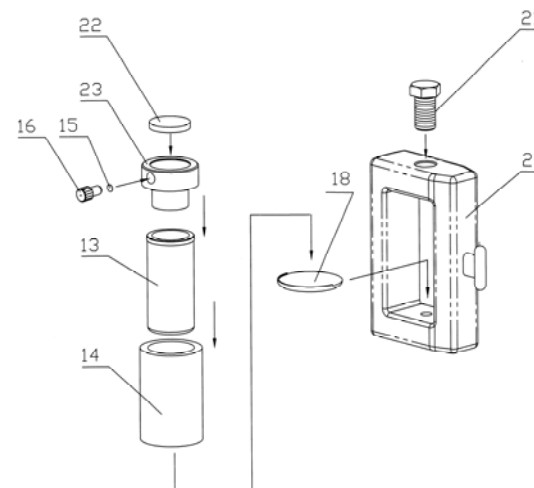


仪器简介(1):

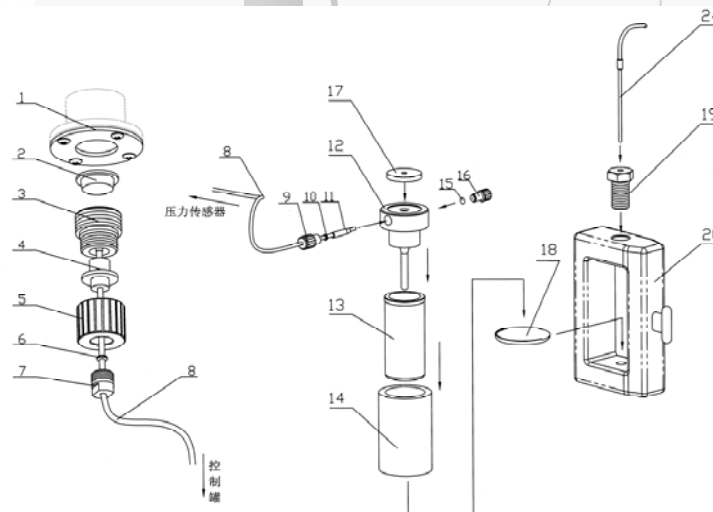
微波消解罐



WX-4000微波消解系统

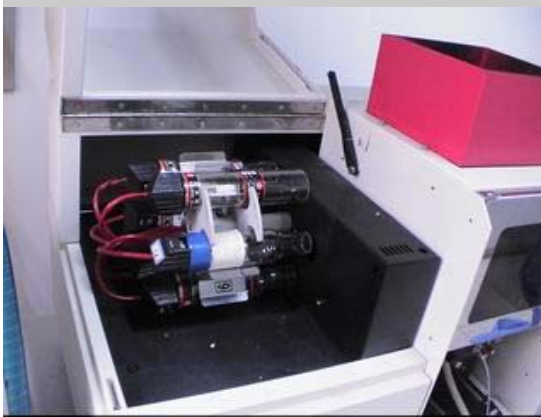


温压控制罐



仪器简介(2):

WFX110 型AAS





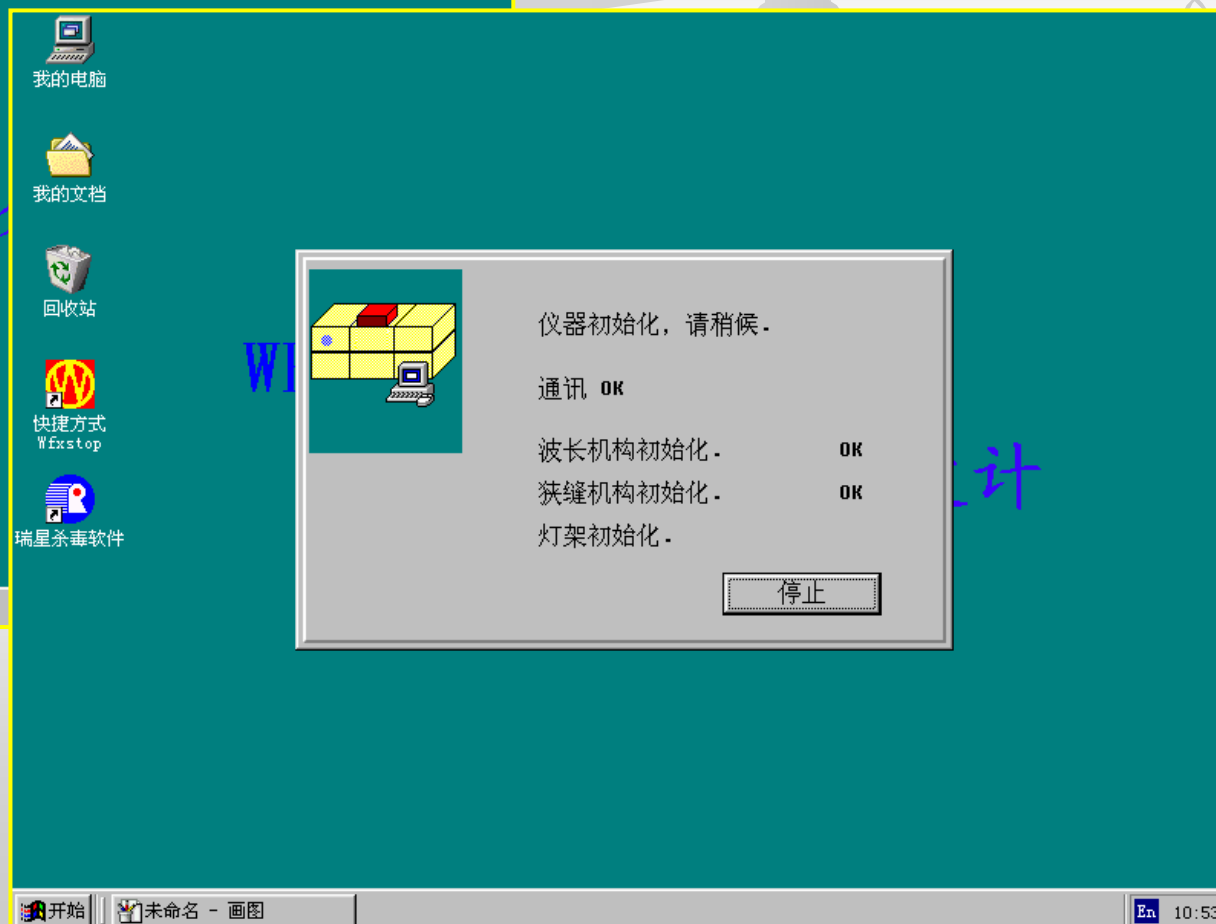
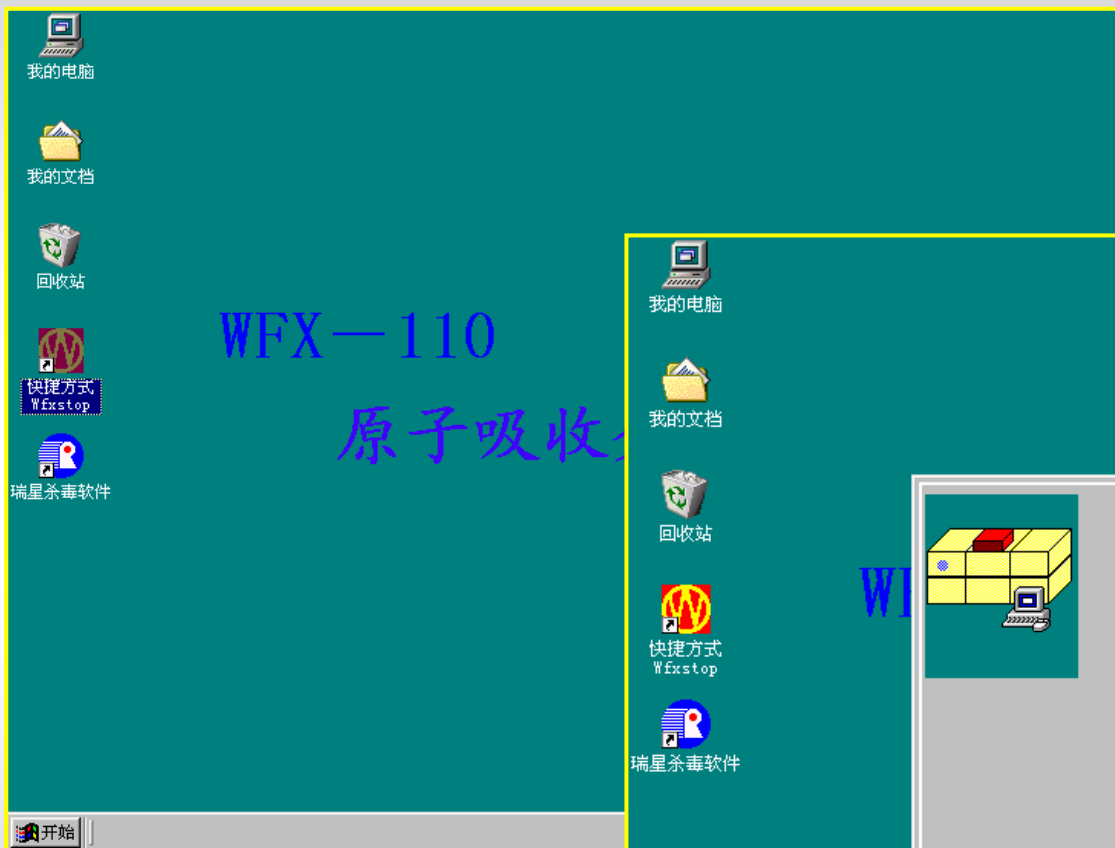
WFX110 型AAS的使用方法:



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!

