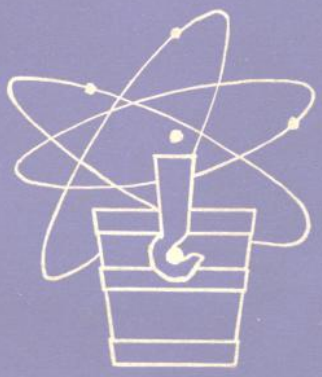
冶金系统原子吸收光谱分析经验交流会资料汇编



冶金工业出版社

冶 金 系 统

原子吸收光谱分析经验交流会资料汇编

冶 金 工 业 出 版 社

冶 金 系 统
原子吸收光谱分析经验交流会资料汇编
（限国内发行）
*
冶 金 工 业 出 版 社 出 版
新华书店北京发行所发行
冶金工业出版社印刷厂印刷
*
787×1092 1/16 印张 14 插页 2 字数 335 千字
1978年6月第一版 1978年6月第一次印刷
印数 00,001～5,500 册
统一书号：15062·3325 定价（科三）1.25元

前　　言

原子吸收光谱分析方法具有快速、准确、灵敏度高的特点。目前已广泛用于矿石、原料、冶金产品、高纯材料及冶金工艺流程中的废液、废渣、中间产品等的测定和检验。

为了适应冶金工业迅速发展的需要，于1976年11月在广州召开了冶金系统第一次原子吸收光谱分析经验交流会。参加会议的除冶金系统107个单位以外，还邀请了大庆油田、中国科学院、光谱分析仪器制造部门以及高等院校等单位的代表出席了会议。

会议收到了关于测试方法、仪器制造或改装以及笑气的制备等方面的报告、专题资料一百多篇。为了满足从事原子吸收光谱分析工作者的需要，我们选了其中36篇加以整理、汇编成此书。

参加本书整理、汇编工作的有冶金部北京矿冶研究院、有色金属研究院、钢铁研究院、有色金属研究院广东分院、广东矿冶学院、太原钢铁公司钢研所、沈阳金属研究所、沈阳冶炼厂、长沙矿冶研究所、昆明冶金研究所以及陕西冶金地质勘探公司地研所、武汉地质学院、上海有色金属研究所等单位。

由于篇幅所限，本书只选编了交流资料中的一部分。书末附有交流会的全部资料目录，供查阅。由于时间及水平所限，书中可能有错误，望读者指正。

编　　者

1977年5月

目　　录

一种无色散原子荧光分析装置及其应用
……陕西省冶金地质勘探公司地质研究所（1）
原子吸收光度分析用氧化亚氮发生器
……冶金部有色金属研究院（9）
钢铁原子吸收光谱分析
……冶金部钢铁研究院（16）
冶金中间产品中钯、铑、金的原子吸收法测定
……冶金部有色金属研究院广东分院（28）
应用氧化亚氮—乙炔火焰原子吸收光谱法测定有色合金中的硅
……上海有色金属研究所（34）
原子吸收分光光度法测定地质物料中的微量金
……冶金部桂林冶金地质研究所（38）
高纯铁中微量杂质的原子吸收测定
……太原钢铁公司钢研所（43）
氧化亚氮—乙炔火焰原子吸收法测定几种合金中的铝
……冶金部有色金属研究院（47）
原子吸收分光光度法测定钢铁中铝
……广西冶金试验研究所（52）
甲基异丁酮萃取原子吸收分光光度法测定矿石中铊
……天津冶金地质调查所、南开大学（55）
溶剂萃取原子吸收法测定金属铍中的铁、铜、锰、镍和锌
……宁夏有色金属冶炼厂、水口山矿务局六厂、甘肃第一冶炼厂（58）
原子吸收光度法直接测定钢中微量钙
……大冶钢厂钢研所、武汉大学（61）
氧屏蔽空气—乙炔焰在原子吸收光谱分析中的应用
……陕西省冶金地质勘探公司地质研究所（67）
HGA石墨炉对测定元素各种参数选择
……上海有色金属研究所（75）
原子吸收分光光度法测定合金中微量镁
……冶金部金属研究所（81）
原子吸收光谱法测定稀土物料中的钡和锶
……包钢冶金研究所（83）
原子吸收分光光度法测定三氧化钨中的钙
……株洲硬质合金厂（86）

33374

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

原子吸收分光光度法测定冶炼中间产品中碲
……沈阳冶炼厂（90）
水中微量砷、硒的原子吸收分光光度测定
……冶金部有色金属研究院广东分院（93）
原子吸收法测定低合金钢焊缝中的钼
……冶金部建筑研究院（97）
原子吸收分光光度法测定钢中的锰、镍、铜、铁
……西宁钢厂（102）
矿石中锂、铷、铯的原子吸收法测定
……广东省冶金局地质研究所（107）
无火焰原子吸收法测定矿石中微量钯
……地质科学院地矿所（111）
WFX—1型原子吸收分光光度计光学性能的调整
……北京第二光学仪器厂（114）
原子吸收光谱中的干扰
……科学院吉林应用化学研究所（119）
蔡曼效应在原子吸收光谱学中的应用
……广东省测试分析研究所（129）
一种简易数字显示的对数电路
……沈阳冶炼厂（146）
带有同步噪音消除的原子吸收检测放大器
……北京特殊钢厂、武汉地质学院、北京第三研究所（150）
脉冲调宽式对数转换及数字显示装置
……陕西省冶金地质勘探公司物探水文队（153）
一种简易的原子吸收数字显示装置
……陕西省冶金地质勘探公司地质研究所（161）
73W双光束原子吸收分光光度计电路简介
……贵阳赤天光学仪器厂、科学院贵阳地球化学研究所
昆明冶金研究所、〇一一基地六〇二处（164）
WFD—Y3型单光束数字显示原子吸收分光光度计电路原理及说明
……北京第二光学仪器厂（170）
具有自动取样10、100次平均值式双积分型数字电压表
……冶金部北京矿冶研究院（179）
关于原子吸收分析中标准曲线弯曲及其校直方法的讨论
……冶金部北京矿冶研究院（185）
原子吸收光谱仪检测电路中直流运算放大器的运用
……冶金部北京矿冶研究院（191）
WFX—1型原子吸收分光光度计石墨炉电源
……图门市自动化仪表厂（208）
附录：冶金系统原子吸收光谱分析经验交流会资料目录 ……（213）

一种无色散原子荧光分析装置及其应用

陕西省冶金地质勘探公司地质研究所

原子荧光分光光度法是最近十几年来发展起来的一种分析方法。它具有仪器简单，适宜于作多元素分析等优点。原子荧光法的无色散技术较易实现，因而曾引起人们的注意，文献〔1、2〕上曾经报道过这样的一些装置并作了一些分析应用。

本文介绍了我们对原子荧光法所作的有关研究工作的一些成果，并重点对有关的仪器装置（特别是无色散装置）、工作方法以及分析应用作一些探讨。

一、无色散原子荧光装置的基本结构

原子荧光分析法的仪器装置简图如图1所示。

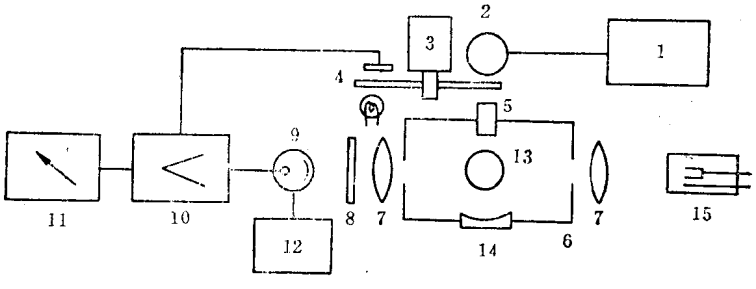


图 1　原子荧光分析仪器的基本结构

1—微波发生器；2—光源，在本实验中包括3/4λ谐振腔及无电极灯；3—机械切光器；4—光电同步信号装置；5—导光管；6—燃烧室；7—聚光镜；8—光阑或滤光片；9—光电倍增管；10—放大器；11—读出装置；12—高压电源；13—燃烧器；14—光源反射镜；15—空心阴极灯（作无色散原子吸收时用）

现分别将其各部份的作用叙述如下：

1．微波发生器

为了激发无电极灯，采用了微波发生器。本实验中采用了一种简易的微波发生器❶。微波是由磁控管（南京电子管厂CK—140型）生产的。为了调节及调制微波功率，在磁控管的阳极回路中串接有807束射四极管，其简单原理如图2。

微波功率调节范围15～200瓦，频率为2450兆赫。

由于这个线路比较简单，因而容易受到电源波动的影响。在本实验中，微波发生器采用经电子稳压器稳压的220伏供电。

❶ 此种装置我所曾与宝鸡无线电二厂共同试制过。

将多谐振荡器所产生的具有一定频率的方波加在束射四极管的栅极上可以对无电极灯进行电调制，同时还可提供同步解调的信号，本发生器中附有这个部份。应当注意的是，在对无电极灯进行电调制时的情况要比原子吸收时复杂，这是因为无电极灯辐射光强随功率变化的情况不一定和荧光信号随功率改变的情况一致，关于这方面的详细情况可参阅文献〔3〕。

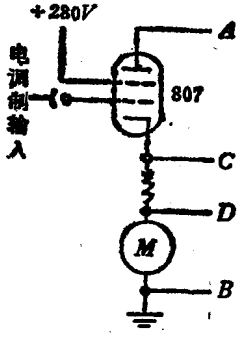


图 2　磁控管电调制简单原理图

2．光源

原子荧光分析中比较有希望的光源主要是染料可调激光光源、无电极放电灯以及短脉冲供电的空心阴极灯或高强度灯。至于染料可调激光，目前由于价格较高以及设备较复杂，尚未普遍使用。无电极灯制造比较容易，谱线比较单纯，发光较强，因而相应的电子检测线路要简单一些，特别是对于锌、镉、砷、硒、碲、铋、锑等元素更具有一定的优点。高强度灯及短脉冲供电的空心阴极灯显然也是一种方便的光源。我们认为，后两种光源针对所分析的元素配合使用，将可充分发挥其各自的特点。下面我们以镉及锌为例简单的介绍一下无电极灯的制造工艺及操作方法。

（1）无电极灯的制作方法　制备无电极灯所用的真空系统与制备空心阴极灯时类似。石英灯管接至真空系统时先将灯管与一根带有磨口塞的石英管接起来以便与真空系统上的磨口封接。制灯前事先制备如图3所示的石英灯管，灯管（甲）供一般无电极灯用。灯管（乙）可以将金属由下端的管泡中蒸发至中间的管泡中使金属得到进一步的提纯，灯制成后将下端管泡去掉。灯管（丙）供沸点高的金属用。

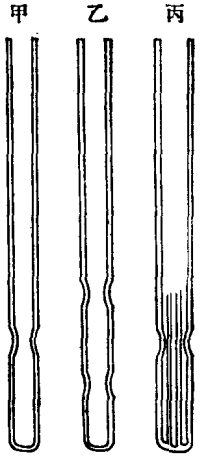


图 3　石英灯管

用洗液及蒸馏水将灯管洗净，烘干后的灯管接至真空系统，抽真空并反复以隋性气体充入管内以排除灯管内的空气，在略低于石英熔点的温度下加热灯管进行去气，特别要注意的是石英的去气要比玻璃困难，对于某些较难挥发的元素制好的灯管可能在较大的功率下进行操作，如果去气不彻底，在操作过程中石英管将有可能迅速放出杂质气体并导致无电极灯失效。灯管的去气过程也可以在微波腔体内，按着将来工作时所采用的功率进行处理〔3〕。在去气过程中必须多次的用隋性气体刷除石英灯管排出的杂质气体。去气过程完毕后，取下灯管，并放入金属镉或锌1毫克于管内，管子再次接至真空系统上进行金属的去气，去气过程中用手灯将金属轻微地进行烘烤，使其蒸发并以薄层的形式冷凝在管壁上，这样做可以增加其接触面而便于去气，金属去气过程中也应反复充入隋性气体以排除金属放出的杂质气体。去气完毕后，充入氩或氖至压力3托左右，将灯管的上端管口封死，同时也将灯管的收口处封死，如此制作的无电极灯经老化后即可使用。镉无电极灯呈兰色，锌无电极灯呈兰紫色。对于无色散体系来说，所用的金属必须是高纯的，如果金属锌中含有十万分之几的镉就足以引起镉对锌的严重干扰。对于色散体系所用的金属纯度可以稍差。关于无电极灯的制作还可以参阅有关的文献〔4、5、6〕。

（2）无电极灯的操作　无电极灯是放在谐振腔内用微波激发的。我们所用的腔体（如图4）为参照文献〔7〕及英国产MKⅢ型微波发生器所带附件而加工的3/4λBroida腔体，但改用锥形激励杆进行耦合。这种腔体虽然返回功率较大，但是它具有调整容易，密闭性能好，不容易受外界气流影响，微波电场不易扩散等优点。国产磁控管返回功率不大于50瓦时不会有损坏管子的危险，而我们所用的功率一般不大于50瓦，因此即使有一小部分功率返回磁控管也不要紧。实际上，文献上近年来广泛地采用了3/4λBroida腔体，而且根据他们的报告，返回功率也相当可观。对于腔体的选择我们认为应综合地考虑上述各种因素，而不应只考虑其中的某一项。

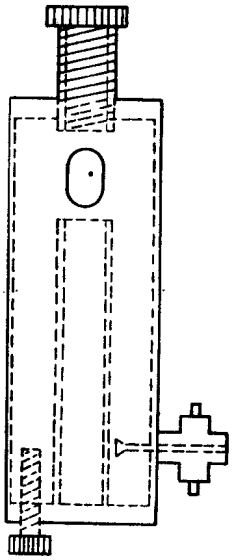


图 4　3/4λ谐振腔简图

为了增加腔体的Q值，在腔体外层镀有金或银。为了减少微波电源的负担并提高无电极灯发射的稳定性，在内导体内装有加热装置，其功率可在15～50瓦之间变化，它可以使内导体内的温度提高到200～300°C之间。加热装置系用镍铬丝绕制的炉丝装在石英管内然后再将石英管塞在内导体内。调整加热变压器的电压即可控制其加热的温度。由于增加了加热装置，必须防止导线与腔体接合处受热而损坏，因而在图4中的腔体装有通冷却水的套管。按上述方案设计的腔体显然也可以采用通热空气的方法。腔体内部的光洁度应力求高一些，但也不一定要求太高。实践证明，只要有较高的机械加工精度就可以在实际工作中应用。

微波腔体在使用中必须仔细调整同轴放电隙，调谐短截线以及激励杆与内导体之间的距离，使无电极灯放在内导体上部时，相当于窗口的部位能够激发出强烈的原子谱线来，腔体上的窗口宽度为1.5厘米，长度为2.5厘米。

我们曾经用记录仪观察了在上述装置中无电极灯的发射稳定性，证明在1小时内漂移不大于2%。

在一般情况下，无电极灯的寿命约为500小时，在其寿命结束时，表现为管壁变黑，荧光信号显著变弱，难以激发，出现杂质气体谱线等现象。此时可以将无电极灯用小火加热后使用，如果处理无效则应更换新灯。关于无电极灯的有关综合评述可参阅文献〔8〕。

3．机械切光器

在本实验中主要采用机械调制的方法，这是因为（1）由于采用电加热，无电极灯的光辐射以及由此而产生的荧光信号随功率变化的情况趋于平缓，因而难以实现电调制。（2）采用机械调制可以在任何功率处进行调制，例如在微波功率与荧光信号的关系出现平台时在此段范围内微波功率的变化对荧光信号的影响较小，采用机械调制可以在相当于平台中心的功率处进行，既保证了较大的调制幅度又保证了测定的稳定性。（3）某些灯在采用电调制时不够稳定。

机械切光器采用同步电动机带动，切光的频率为358周。由于有人〔9〕曾对空气—乙炔焰的噪声频谱作过分析，并认为其噪声主要集中在100赫以下，因此采用上述的调制频率已可满足要求。

4．光电同步信号装置

为了进一步消除各种噪声的影响，在本实验中采用了同步检波，同步检波的电压由图1中的小灯泡，光敏二极管以及光电放大器所组成。当无电极灯的光线射向火焰并产生原子荧光时，调整小灯泡的位置使其光线正好射向光敏二极管，并通过如图5的电路产生约3～4伏的方波信号作同步检波用。在示波器上观察到的同步信号应当十分稳定，而且与荧光信号在光电倍增管所产生的信号完全同步，只有这样才能保证测定的灵敏度和稳定性，关于这方面的调试在放大器一节中将加以叙述。

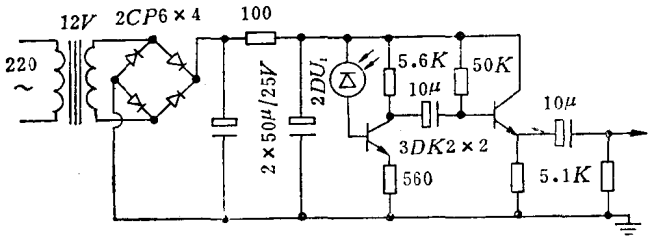


图 5　光电放大器简单原理图

5．导光管

由于无电极灯的辐射强度与所产生的荧光信号相比要大出好几个数量级，因此，所设计的装置必须特别注意光源散射光的影响。为此，在无电极灯前装有内部及外部均涂有黑板漆的导光管，其直径约为2厘米，目的在于防止光源的散射，而使其按导光管的方向射向火焰的中心位置。在整个仪器结构中，无电极灯应尽可能靠近火焰以使火焰得到较大的照射立体角。由于安装了机械切光器，在我们的装置中无电极灯离火焰中心的距离约为10厘米，而且不再装聚光透镜。

6．燃烧室

燃烧室内包括雾化系统及燃烧器，在其上部装有烟囱，燃烧器座的高度可以升降，而且根据需要可以安置圆形或缝隙式燃烧器，后者既可作原子吸收也可用于原子荧光测定[10]。

与导光管一样，燃烧室的壁也应涂以黑板漆以防止光线反射到光电倍增管上。燃烧器及雾化室的位置也应加以注意，否则也会反射部分光线。

7．聚光镜

在本装置中装有焦距为50毫米的两个透镜，这主要是考虑在作无色散原子荧光分析的同时也可用这台仪器作无色散原子吸收分析，此时空心阴极灯装在如图1的15位置上。当作原子荧光分析时，装于倍增管前面的聚光镜主要是聚集火焰中所发出的荧光。而当仪器作原子吸收分析时，此透镜与安装在燃烧室右侧的透镜一起构成标准的原子吸收聚光系统，空心阴极灯的光线聚光于缝隙式燃烧器的中部，然后再聚光于光电倍增管。

8．光阑或滤光片

为了防止不必要的光线到达光电倍增管，在倍增管前面装有挡光光阑，光阑为一直径约为5毫米的小孔。

为了减少火焰发射（特别是OH基的发射），在倍增管前可装置氯气滤光片，各种卤素滤光片的吸收光谱可参阅文献[11]。

在作无色散原子吸收分析时，采用Zeiss紫外滤光片，以铜或银的空心阴极灯可以很方便的进行这两种元素的原子吸收分析。同样也为用短脉冲供电技术用此装置作多元素的无色散原子吸收分析[12]创造了条件。

9．光电倍增管

在本实验中采用R166日盲倍增管。曾经试用过国产日盲倍增管（华东电子管厂试产品）。应当注意日盲倍增管的最大容许光电流比其他倍增管要小，因此，应当控制适当的光量。

所用的倍增管室如图6。它的喇叭状的窗口可装置各种滤光片，也可以很方便的进行各种倍增管的更换。

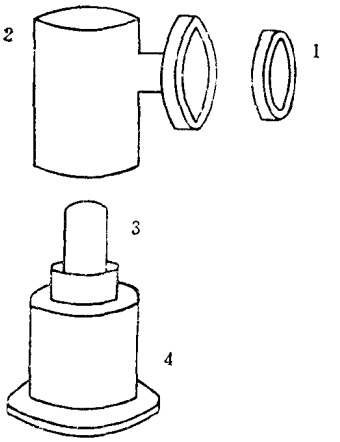


图 6　倍增管暗室

1—滤光片；2—暗室罩；
3—光电倍增管；4—暗室底坐

10．放大器

在进行原子荧光分析，特别是在设计无色散系统的电子线路时，应当很好地了解其噪声的主要来源。文献〔13〕中曾经详细地比较了色散系统和非色散系统的信噪比，说明无色散系统并不一定能改善检出极限。从报告的数据来看，其噪声来源主要来自火焰。由于要克服化学干扰，在实际工作中通常采用的火焰为空气—乙炔焰，这种火焰发射背景较强，因而必须采取适当的措施以检出埋没在噪声中的微弱信号。文献〔14、15〕中曾经报道过用于此种目的的锁定放大器。根据我们的试验，包括一个高阻抗输入级，一个带通滤波器，一个同步检波输出级的放大器可以满意地用于原子荧光无色散系统。

下面分别加以简单介绍：

（1）高阻抗输入级　它包括一个场效应管以提高输入阻抗，并将输入信号放大3～4倍，然后将信号送至带通滤波器进行选频后作进一步放大。输入级采用“仿真技术”以提高输入阻抗。

（2）带通滤波器　文献〔9〕中曾分析过空气—乙炔焰中的噪声频谱，并指出其噪声集中在100赫以下，如前所述我们所用的机械切光器频率为358赫，综合考虑这两个因素，可设计一种中心频带为358赫的带通滤波器。其基本电路图如图7。

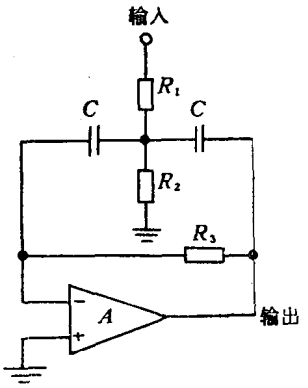


图 7　磁通滤波器原理图

在此电路中，其放大倍数　$K=\frac{-R_3}{2R_1}$

中心频率　$W_0=\frac{1}{C}\sqrt{\frac{1}{R_3R}}$

带宽　$\Delta W_0=\frac{2}{R_3C}$

Q值　$Q=\frac{1}{2}\sqrt{\frac{R_3}{R}}$

式中　$R=R_1/R_2$

根据我们的试验，上述滤波器已经足以有效地消除火焰发射的影响。另一方面，其频带较宽，对同步马达的转速要求不高。在组装时，对元件的要求较低，频率调整容易。因而，我们认为这个线路与双T选频网络相比较适用于原子荧光分析的放大装置。

（3）同步检波输出级　采用光电同步装置送来的同步信号进行检波是为了进一步提

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

高信噪比。图 8 为整个放大器的线路图，其电压增益为1500倍。图中的R^*及C^*主要作移相用，调试时应调整其数值以保证同步检波的效果。为了达到完全同步也可采用文献〔14〕所介绍的移相网络将同步信号加以移相使其完全与放大后的荧光信号同步。

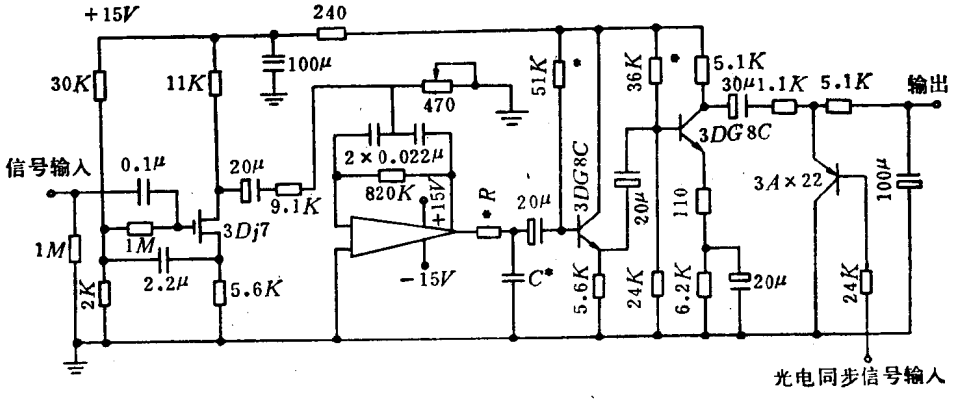


图 8　放大器电路原理图

只有在采用合适的放大器后，才能很好的从火焰及其他噪声中检出荧光信号，并获得较低的检出极限。举例来说，在实验条件下，当喷雾0.1微克/毫升的镉，并采用宽频放大器时，荧光信号与火焰交流信号之比约为$\frac{1}{4}$，而采用上述带通滤波器后，二者之比可提高至约为$\frac{1}{40}$，经同步检波后，0.002微克/毫升的镉在采用不隔离的空气—乙炔焰时，在记录仪上的图形清晰可见，镉检出极限可达0.0002微克/毫升（未采用光源反射镜），锌检出极限为0.001微克/毫升，这与文献中所报道的采用同一火焰时所得结果类似。

11．读出装置

可使用微安表或记录仪，本文所用的为 0.5 级的 50 微安表头以及 XWC100—A 记录仪。

电表两侧并联有大小不同的电容供选择合适的阻尼。

12．高压电源

高压电源供给倍增管以高压，其稳定性至少应优于万分之五。

我们所用的高压电源参照一般原子吸收仪采用的线路，此处不再赘述。

13．燃烧器

所用的燃烧器是具有屏蔽罩的圆形燃烧器，在火焰的周围可以通入隋性气体或氮气对火焰进行屏蔽[16]以获得低背景发射并借以提高检出极限。其外形及尺寸参见文献〔1〕，曾有人发现不同的燃烧器对各种基体或酸所引起的散射干扰影响甚大，在我们所用的燃烧器上并没有发现如此严重的散射干扰。试验证明，除了在测定接近于检出极限的含量时才需要注意其影响，在一般情况下其影响可忽略不计。

14．光源反射镜

光源反射镜可以使信噪比提高约一倍。在简易的无色散原子荧光装置中，如果分析灵敏度已可满足要求也可省略不用。

以上所述的为无色散荧光装置各部分的作用及其简况，关于本装置的使用可参阅下节。

二、无色散原子荧光装置的操作

（1）启动光源。将被测元素的无电极灯置于3/4入Broida腔体之中，并使灯管正好处在内导体之上（如有必要可在操作前用酒精灯稍加烘烤管壁使金属集中至灯管顶端），开启微波电源开关以及加热炉丝开关（调至一定电压），并在冷却套管内通入冷却水。微波电源预热五分钟后，开高压开关，磁控管即进行工作并输出一定功率的微波至腔体内，用功率调节旋钮调至一定的功率，并用真空枪激发无电极灯，先开至较大功率处使无电极灯启动，然后再调至所需的功率。十至十五分钟后，无电极灯的光辐射趋于稳定并可准备作荧光分析。开动机械切光器，无电极灯即以一定的频率照射火焰，注意光电同步装置的小灯泡是否点亮，并检查同步电压是否正常。

（2）开启高压电源及放大器开关。根据测量的浓度范围调整高压至一定的数值，选定一定的阻尼，准备好作荧光测量。

（3）按所试验的最佳条件调节燃烧器的高度，然后给上压缩空气，调整空气流量约为5升/分，开启乙炔阀门，并注意调整火焰使其处于略为富燃的状态，此时火焰本身的发射较小，这对提高信噪比是有好处的。

（4）顺序的喷入标准溶液及样品，并记录其相对荧光信号，以浓度为横坐标，以荧光信号为纵坐标，作出标准曲线，并由此查出未知样品的含量。也可调节倍增管的高压使某标准液指示出与其含量相当的读数，然后对未知样品进行浓度直读。

在原子荧光法中，浓度与荧光信号在较大的范围内呈线性关系，这对在较大浓度范围内变化的样品的测定将是有利的。

（5）测定结束后，关闭乙炔阀门熄灭火焰，关闭空气压缩机阀门，然后关闭高压及放大器开关，最后关闭微波电源及切光器开关。

在初次调试时，如上所述，开动微波电源并点亮无电极灯，给上高压并调整高压至100伏左右，同时给上放大器开关，取下燃烧器头，换上可插在燃烧器底座上的平面反射镜（其高度与燃烧器高度相当，专作对光用），转动平面镜使无电极灯的光反射至光电倍增管上，调整上节所述放大器中的带通滤波器的电位器 R，使读数指针为最大。经此调节后带通滤波器的中心频率与机械切光器的频率完全吻合。取下反射镜，换上燃烧器头，在抽风的情况下不点火用蒸馏水喷雾，增加高压至电表指针显示出适当的读数，移动透镜使电表指针读数为最大，转动倍增管暗室的角度并调整其高度使指针读数为最大值，如此反复进行至指针不再增加为止，经此调节后仪器即可使用。

三、应用实例

曾用上述仪器测定矿石中微量的锌及镉，并获得了满意的结果。现将其要点简述如下：

1. 分析方法

称20毫克样品，置于25毫升试管中，加盐酸1毫升，硝酸10滴，用水浴加热10至15分

钟，取下用水稀释至刻度，按上节所述的操作程序进行原子荧光测定，随样品分析时带有标准溶液及空白，方法可分析至0.001%的含量。

2. 分析条件及其对结果的影响

（1）微波功率　镉测定时30瓦，锌测定时50瓦。加热炉丝6伏，电流5.5安，相当33瓦的功率，内导管内在不加微波时恒温在200°C。加热温度偏高时微波功率可减小，而且微波功率与荧光信号的关系趋于平缓，但检出极限较差，这可能是灯管内产生部分自吸之故，必须根据所用腔体及加热装置进行试验并选择最合适的条件[17]。文献〔18〕上曾经报道过同样是3/4入Broida腔体，只是由于结构上的某些差异所得结果也会有很大差异。

（2）火焰条件　在贫燃焰时，火焰发射的影响增大，故应采用微呈富燃焰的火焰。乙炔流量除了影响背景发射之外，对荧光信号影响不大。在本试验中采用空气流量为5升/分，乙炔流量为2升/分，燃烧器高度影响不显著。

（3）干扰现象　在所用的装置中未发现严重的散射干扰，只有在测定接近检出极限的含量时才需注意其影响，在一般分析中其影响可忽略不计。曾经试验了五千倍铁、铝、钙、镁、铅、铜、钾、钠、锰、镍、钴等元素对0.2微克/毫升锌及镉的影响（在试验镉时同时试验了五千倍锌的影响），试验结果未发现有任何干扰。

（4）方法的特点　与相应的原子吸收法相比，仪器结构比较简单，由于其检出极限较低，因而可采用本文所介绍的半微量法进行分析，这对加快分析速度及降低成本还是比较有利的。

四、小　　结

本文介绍了一种用无电极灯作光源的简易无色散原子荧光分析装置，并对其各主要部分作了简要的介绍。文中还介绍了装置的操作方法，并已初步应用于矿石中微量锌及镉的测定。

参 考 文 献

〔1〕 P. L. Larkins, Spectrochim. Acta, 26 B, 477, (1971).
〔2〕 D. G. Mitchell, Spectrochim. Acta, 25 B, 175 (1970).
〔3〕 R. M. Dagnall, Talanta, 18, 1103 (1971).
〔4〕 J. M. Mansfield, Spectrochim. Acta, 23 B, 389 (1968).
〔5〕 K. E. Zacha, Anal. Chem, 40, 1733, (1968).
〔6〕 R. M. Dagnall, Appl. Optics, 7, 1287 (1968).
〔7〕 F. C. Fehsenfeld, Rev. Sci. Instrum, 36, 294 (1965).
〔8〕 P. S. Haarema, Spectrochim. Acta, 29 B, 1 (1974).
〔9〕 G. M. Hieftje, Spectrochim. Acta, 30 B, 187 (1975).
〔10〕 P. Murugaiyun, Anal. Chim. Acta, 75, 217 (1975).
〔11〕 Д. П. Щербов, Флуорититрия В Хим. Анализа минерального сырья, "НЕДРА" 1965.
〔12〕 P. L. Larkins, Spectrochim. Acta, 24 B, 187 (1969).
〔13〕 V. I. Muscat. Appl. Spectrosc. 29, 52 (1975).
〔14〕 L. C. Caplan, Rev. Sci, Instrum. 42, 689 (1972).
〔15〕 D. P. Hubbard, Anal. Chim. Acta, 67, 55 (1973).
〔16〕 K. C. Thompson, Analyst, 95, 776 (1970).
〔17〕 R. F. Browner, Anal. Chem, 44, 843 (1972).
〔18〕 D. O. Cooke, Anal. Chim. Acta, 56, 17 (1971).

原子吸收光度分析用氧化亚氮发生器

冶金部有色金属研究院

我们试制成功一种新型氧化亚氮发生器。它具有小型、高效、安全、经济和自动化程度高的特点。主要部分是玻璃制作的，在加工技术上没有太高要求。一台发生器可满足一台原子吸收光度计用氧化亚氮—乙炔火焰连续使用的要求（用0.5×50毫米燃烧器），也可储存后使用。

发生的基本反应是，硝酸铵的稀硝酸溶液，在有氯离子作催化剂下，加热到沸腾，硝酸铵即可分解发生氧化亚氮。我们找出发生的最好条件并研制了自动进料和淋洗液自动循环等控制器，使发生自动进行。

发生的气体仍用原子吸收仪的空气加压稳压系统，只在压缩机的进气口加空气—氧化亚氮切换截门。压缩机应是无油压缩机。

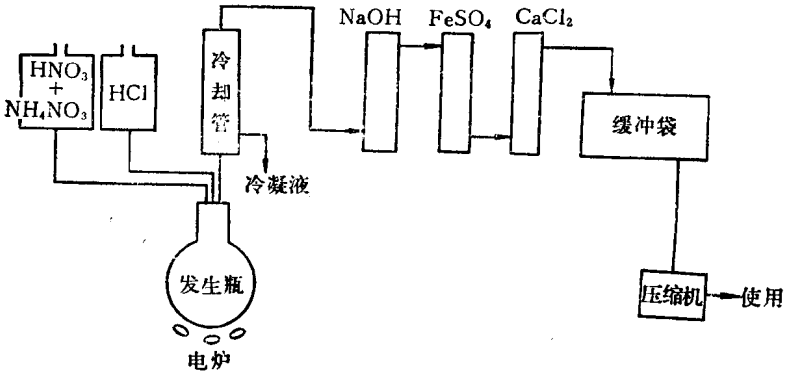


图 1　氧化亚氮气发生的基本流程图

发　生　器

发生器的各主要部分分述如下。

（1）发生瓶　2升三颈圆底烧瓶。

（2）电炉　最大功率为220伏×12安，由调压变压器控制需要功率。

（3）冷却管可做成三种　① 螺形管，高度应大于一米，否则冷却效果不足；② 高效冷却管，用长约700毫米的三层玻璃套管做成，冷却水从夹层中流过，气体向上向下各冷却一次，冷却管下端加有蛇形管热交换器，用来预热硝酸铵—硝酸溶液；③ 简易型冷却管（图3），由4支直径40毫米长400毫米玻璃管并接做成（浸入塑料水箱中），连接接头插到发生瓶主颈上，这种冷却管易于加工制作。

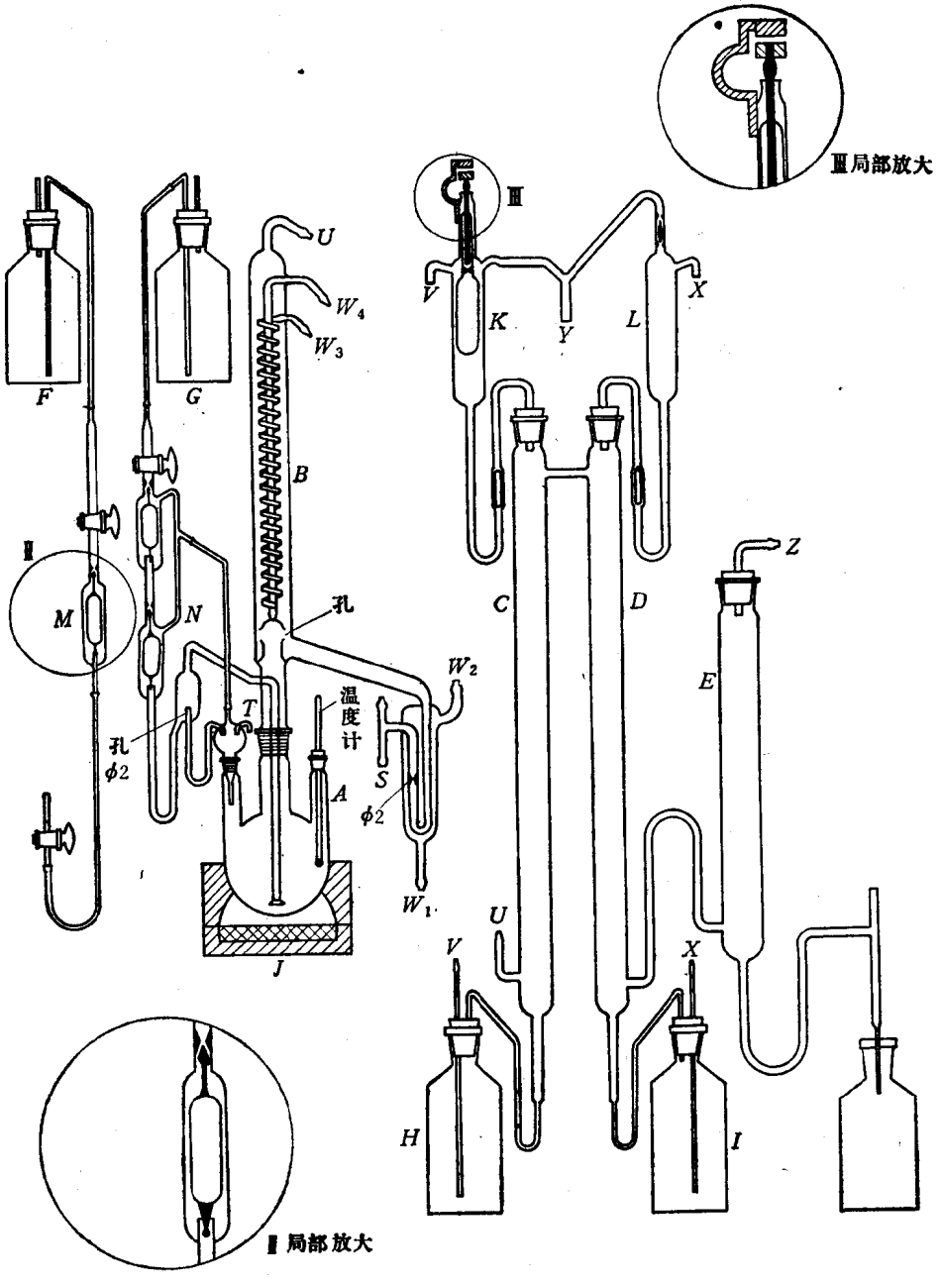


图 2 氧化亚氮发生器的装配图

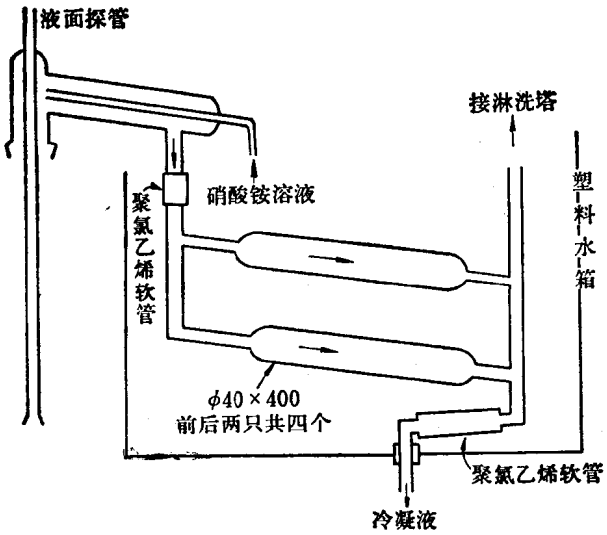


图 3　简易型冷却管

（4）净化系统　包括两支淋洗塔和一支干燥管。淋洗塔内填有瓷管。由自动循环控制器使淋洗液断续流入塔内。不可用洗气瓶代替淋洗塔，因效果不好和阻力太大。

（5）流量计　应当用低阻力流量计，我们用自制压差式流量计（实际是测流速），氧化亚氮流速为8升/分时压差为20～30毫米水柱。

（6）缓冲气袋　用聚氯乙烯塑料薄膜做成，最大容量约400升(同时发生同时使用)。

（7）气体切换与加压稳压系统　见图4。

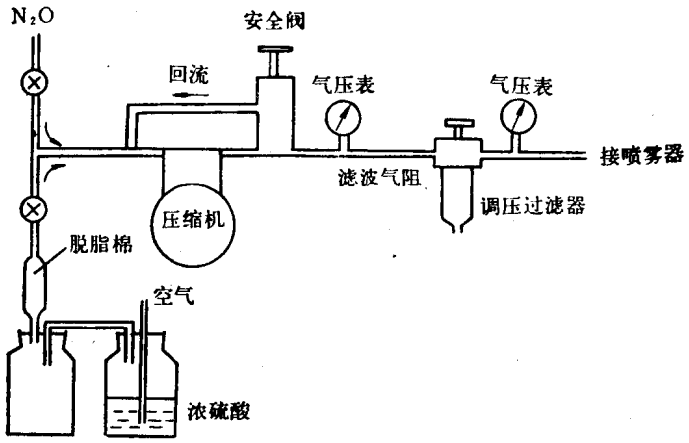


图 4　气体切换与加压稳压系统

（8）氯化物恒速进料控制器，即液面稳定管（见图5）　氧化亚氮发生速率决定于

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com