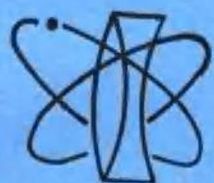


原子吸收分光光度计 及其维修保养

沈泽清 主编



44.12

科学技术文献出版社

内 容 简 介

本书简要地介绍了原子吸收分光光度计的基本组成及其各部分的结构原理和特点以及仪器的安装、验收、日常维护和常见故障的分析和处理方法。

本书在选材中坚持了仪器与应用相结合，以仪器为主；理论性与实用性相结合，以实用性为主；普及与提高相结合，以普及为主的原则，所以，不仅适合于各个层次的光谱分析工作者使用，而且还适合高等院校有关系科的师生；光谱仪器生产企业的技术工人、管理人员和使用单位器材部门的业务员使用。

原子吸收分光光度计及其维修保养

沈泽清 主编

科学技术文献出版社出版发行

北京电子印刷厂印刷

☆

787×1092毫米 32开本 6.25印张 151千字

1989年4月北京第一版第一次印刷

印数：1—6000册

ISBN 7-5023-0865-2/TH·4

定价：3.00元

前 言

近年来,原子吸收分光光度计的应用领域正迅速地向着纵深的方向发展,需要量亦连年持续增长。由于原子吸收分光光度计是一种技术比较复杂的大型精密仪器,因此,一个优秀的分析工作者,不但要有分析化学的知识和熟练的分析技巧,而且还必须对自己所使用的仪器有足够的了解。然而,就我国的实际情况来看,有相当数量的分析工作者,特别是一些新的用户都缺乏对仪器应有的了解和必须掌握的有关仪器的结构原理、维护保养以及常见故障的分析和排除方法等基础知识。造成了某些仪器的功能得不到充分利用,仪器的水平得不到充分发挥。鉴于这种情况,中国仪器仪表学会光学仪器学会物理光学仪器专业委员会决定组织编写《原子吸收分光光度计及其维修保养》一书。编写本书的目的就在于向原子吸收分光光度计了解不多的分析工作者介绍一些仪器各部分的作用和结构;使用维护的一般知识以及常见故障的分析和排除的一般方法,以帮助仪器的使用者了解和熟悉自己所使用的仪器。加强对仪器的维护保养,以充分发挥其作用,用出其应有的水平。

本书在选材中坚持了仪器与应用相结合,以仪器为主;理论性与实用性相结合,以实用性为主;普及与提高相结合,以普及为主的原则。所以,本书除了适用于光谱分析工作者、高等院校中有关的系、科高年级学生及光谱仪器生产企业的技术工人和管理干部使用外,还适用于使用单位器材部门的业务员使用。

以上是本书编辑人员的愿望。但由于编者的水平所限,所

以，编者的愿望可能与所产生的实际效果有较大的差距，希望广大读者多提宝贵意见。

本书由北京仪器仪表学会常务理事沈泽清、武汉大学资源开发与应用技术研究所所长李宁先和北京第二光学仪器厂张跃鹏同志编写，清华大学化学系教授邓勃和天津大学精密仪器系副教授范世福同志审定。

本书中应用了中华人民共和国机械工业部统编机械工人技术培训教材《仪器分析》和北京第二光学仪器厂原子吸收分光光度计使用说明书等有关资料中的某些内容，在编写出版过程中得到了科学普及出版社宋守今、国防工业出版社刘忠、北京第二光学仪器厂李振清、王尽晖、李晓燕等同志的热情帮助，在此一并表示感谢。

编者

一九八八年八月一日

目 录

第一章 概述	(1)
第一节 原子吸收分光光度法的基本原理.....	(1)
第二节 原子吸收分光光度计的发展历史.....	(2)
第三节 原子吸收分光光度计发展的特点和趋势.....	(5)
第四节 我国原子吸收分光光度计的发展方向.....	(9)
第五节 原子吸收分光光度计的其它用途.....	(12)
第二章 总体、光学及精密机械结构	(13)
第一节 基本构成及其原理.....	(13)
一、光源.....	(13)
二、原子化系统.....	(14)
三、分光系统.....	(15)
四、测光系统.....	(17)
五、显示系统.....	(17)
第二节 外光路系统的主要形式.....	(18)
一、单光束系统.....	(19)
二、双光束系统.....	(20)
第三节 原子化系统的种类和特点.....	(21)
一、火焰原子化系统.....	(21)
二、无火焰原子化系统.....	(23)
三、氢化物原子化系统.....	(26)
第四节 无火焰法分析中的背景校正.....	(27)
一、氘灯背景校正法.....	(27)

二、塞曼效应背景校正法·····	(29)
三、自吸收效应背景校正法·····	(32)
第三章 电子学系统 ·····	(36)
第一节 电源·····	(37)
一、工作电源·····	(37)
二、空心阴极灯电源·····	(37)
三、氘灯电源·····	(39)
四、负高压电源·····	(39)
第二节 信号检测器·····	(40)
一、光电转换过程·····	(41)
二、光电倍增管的工作电路·····	(41)
第三节 线性电路·····	(42)
一、前置放大器·····	(42)
二、信号分离与解调放大·····	(42)
三、原子化过程背景校正和零保持电路·····	(45)
四、阻尼电路·····	(46)
五、氘灯校正·····	(47)
六、对数转换与对数放大器·····	(48)
七、标尺扩展和浓度直读·····	(53)
八、曲线校直·····	(54)
九、自动调零·····	(55)
十、控制电路·····	(56)
第四节 读数方式·····	(57)
一、峰值电路·····	(57)
二、积分电路·····	(58)
第四章 石墨炉电源的原理及电路 ·····	(62)
第一节 石墨炉电源的工作原理·····	(63)

一、可控硅的工作原理·····	(63)
二、可控硅交流调压·····	(65)
三、单结晶体管振荡器触发电路·····	(66)
四、程序控制电路·····	(67)
五、时间控制电路·····	(67)
第二节 安装与使用·····	(68)
一、安装条件及注意事项·····	(68)
二、使用方法·····	(69)
第三节 故障检修·····	(69)
一、通电前的检查·····	(69)
二、整机通电检查·····	(70)
三、分部检查·····	(70)
第五章 专用计算机 ·····	(72)
第一节 概述·····	(72)
一、分析化学、分析仪器及其专用计算机·····	(72)
二、原子吸收分光光度计专用计算机的分类·····	(74)
第二节 原子吸收分光光度计专用计算机的结构·····	(76)
一、系统结构·····	(76)
二、微型计算机·····	(76)
第三节 原子吸收分光光度计的控制·····	(95)
一、分析操作过程的自动控制·····	(95)
二、原子吸收分光光度计操作参数的自动选择·····	(98)
三、分析仪器操作的监督和故障诊断·····	(99)
第四节 原子吸收分光光度计的数据处理·····	(100)
一、原始数据的平滑·····	(100)
二、背景校正·····	(101)
三、数据的取舍·····	(102)

四、标定和测定	(103)
五、分析结果的输出	(111)
第六章 用户须知	(112)
第一节 如何选择生产企业和产品型号	(112)
一、如何选择生产厂家	(112)
二、如何选择产品的具体型号	(114)
第二节 仪器的安装和验收	(116)
一、仪器对实验室及其环境的一般要求	(116)
二、验货	(117)
三、开箱	(118)
四、安装与验收	(118)
第三节 配套件及其附件	(120)
一、配套件 (产品)	(120)
二、附件	(120)
第四节 仪器的维护及修理	(122)
一、仪器的维护	(122)
二、仪器常见故障的分析与处理	(127)
第七章 火焰原子化法	(133)
第一节 原子化器	(134)
一、火焰原子化器的主要作用	(134)
二、火焰原子化器的组成及其工作原理	(135)
第二节 火焰	(144)
一、火焰原子吸收分析法对火焰的基本要求	(144)
二、火焰原子化的基本过程	(144)
三、火焰反应机理	(146)
四、火焰状态的划分	(148)
五、火焰特性	(150)

第一章 概 述

第一节 原子吸收分光光度法的基本原理

基态原子吸收了特定波长的光辐射以后，处于激发状态，这就是原子吸收过程。不同元素的原子结构和外层电子的排列都不相同，它们的能级都有各自的特征。因此，不同元素的原子只有在吸收了某一特征辐射能量，即吸收了一定频率或波长的光辐射以后，才能激发并使其外层电子作相应的跃迁。这就是说，不同元素的原子都有各自的特征波长或特征谱线。

由于原子结构很复杂，能级较多，所以，原子在跃迁过程中，可以吸收的谱线也很多。在原子吸收分光光度分析法中，把基态原子吸收辐射能量后跃迁到第一个激发态时所吸收的谱线称为共振吸收线。由于原子的第一激发态与基态之间引起电子跃迁所需要的能量最低，所以，一般来说，大多数元素的共振吸收线是最灵敏的谱线。

原子吸收分光光度法是将被测元素的化合物置于高温下，使其离解为基态原子。当元素灯发出的、与被测元素的特征波长相同的光辐射穿过一定厚度的原子蒸气时，光的一部分被原子蒸气中被测元素的基态原子所吸收。检测系统测得特征光谱被基态原子吸收以后的辐射能量。应用朗伯—比耳定律就可以得到被测元素的含量。朗伯—比耳定律给出的吸收度与浓度之间的关系式为：

$$A = \log \frac{I_0}{I} = K \cdot C \cdot L \quad (1-1)$$

$$\text{或: } I = I_0 \exp (K \cdot C \cdot L) \quad (1-2)$$

式中 I_0 —发射线的强度

I —发射线通过原子化器以后的强度

A —吸收度

K —吸收系数（吸收率）

C —样品中被测物质的浓度

L —原子化区的厚度

朗伯—比耳定律适用于分子吸收光谱分析，而在原子吸收光谱分析中，由于原子谱线的宽度远小于单色器的带宽。这时，吸收系数 K 实际上是一个随着频率而改变的应变变量，称为吸收率。因此，朗伯—比耳定律实际上并不完全适用于原子吸收光谱分析。但是，由于元素的原子发射线要比吸收线窄。所以，它的吸收率近似于分光光度法的吸收系数 K 。从这一点讲，朗伯—比耳定律同样可以适用于原子吸收光谱分析。

第二节 原子吸收分光光度计的发展历史

1859年，G.Kirchhoff 和 R.W.Bunson 在他们的论文中解释说：太阳光谱中一些暗线的产生是由于某些波长的光被大气中的一些元素吸收而引起的。1860年，G.Kirchhoff 在研究了碱金属和碱土金属的火焰光谱以后，证实了钠蒸气发出的光通过比该蒸气温度低的钠蒸气时，会引起钠谱线的吸收。这就为原子吸收分光光度计的诞生和发展提供了实验依据。

1953年，澳大利亚物理学家 A.Walsh 首先提出了将原子吸收光谱应用于化学分析的见解。他在1955年发表的论文里，从理论上进一步探讨了原子吸收分光光度计的优越性。他强调指出，原子吸收分光光度法与发射光谱法相比，具有与跃迁激发电压无

关、很少受温度变化以及其它辐射线或原子间能量交换的影响等优点。与此同时，荷兰的 J.T.J. Alkemade 也报导了用火焰法做的原子吸收分光光度分析实验。这个实验是在澳大利亚进行的，用的是他自己设计的一台用一个火焰作光源，另一个火焰作原子化器的原子吸收分光光度计。后来，A. Walsh 和他的同事们又发表了关于原子吸收分光光度计的论文。从此，原子吸收分光光度计的生产技术和分析技术都得到了飞速发展。

原子吸收分光光度计是所有光谱仪器大类中问世最晚的产品系列之一。但是，30余年来，它却一直以其他光谱仪器所无法比拟的速度发展着。目前，原子吸收分光光度计已经成为一种使用面很广，需要量很大的产品大类。它广泛应用于国防、公安、环境保护、机械制造、电子、航空、航海、冶金、地质、卫生防疫、农林渔牧、建材、食品、饮料、水质分析、临床化验、医药、日用化工、生物学、营养学、劳动卫生以及其它各有关部门的科学研究、教学和质量控制，在这些行业和学科的发展中发挥了巨大的作用。原子吸收分光光度法也已经成为光谱分析技术中一个相当重要的组成部分。特别是近几年来，原子吸收分光光度计在微量元素与人体健康关系的研究中发挥了重要的作用。许多与人体健康有关的行业也越来越普遍地应用原子吸收分光光度分析技术。

原子吸收分光光度计及其分析技术之所以从一出现就受到广大分析工作者的普遍欢迎和高度重视，并得到了迅速的发展，其根本原因就在于这种分析方法与原子发射光谱分析方法相比具有许多突出的优点：

1. 原子发射光谱和元素的激发能有关，所以有些元素难于分析，而原子吸收分光光度分析则无需激发，只要把含被测元素的化合物离解为离子，并送入仪器的原子化器就可以了。所以，

用这种分析方法可以分析更多的金属元素和某些非金属元素。

2. 原子吸收分光光度计的分析灵敏度普遍高于原子发射光谱仪器，所以，更适用于微量和痕量分析。

3. 原子吸收分光光度法的分析速度快、分析结果准确，仪器结构较简单，成本比较低、操作方便。

4. 原子吸收分光光度计由于采用了空心阴极灯作光源，所以共存元素和基体的光谱干扰很小而又易于克服。

5. 在原子吸收光谱分析中，由于样品的原子化温度比原子发射光谱分析中的激发温度低得多，所以它的化学干扰也要小得多。

6. 在原子发射光谱分析中，测定的是相对于背景的信号强度，而原子吸收光谱分析法测定的不是相对于背景的信号强度，所以，背景的影响比较小。

原子吸收分光光度法也还存在着某些不足之处：

1. 在多元空心阴极灯尚未普遍推广应用之前，测定不同元素时必须换灯，这不仅给使用者带来不便，而且还影响了分析速度。

2. 现在还无法测定象磷、硫等共振线处于真空紫外区域的元素。

3. 不能像原子发射光谱那样方便地实现多元素同时分析。

4. 原子吸收光谱分析一般都要制备成液体试样，所以样品的前处理较复杂，特别是对某些生物、矿物和土壤等样品更易带入制样误差。

我国原子吸收分光光度计的研制工作比工业发达国家大约晚起步10年，60年代末，北京科学仪器厂与冶金部有色金属研究总院合作，研制了 WFD-Y 型原子吸收分光光度计。这个产品虽然没有达到设计定型的要求，但是，它却为后来的发展积累了经验。

1971年,北京第二光学仪器厂正式定型生产了WFD—Y₂型原子吸收分光光度计,从此结束了我国原子吸收分光光度计市场被外国企业独霸的历史。随后,上海分析仪器厂、苏州267厂、南京分析仪器厂、新天光学仪器公司、北京地质仪器厂、北京分析仪器厂和沈阳分析仪器厂等许多企业也都相继试制并生产了各种型号的原子吸收分光光度计,并使我国原子吸收分光光度计的生产技术得到了迅速的发展。特别是从1980年北京第二光学仪器厂推出了WFX—1型系列产品以后,我国原子吸收分光光度计的生产技术已迅速地接近或赶上了世界先进水平。我国科研和产业等各个领域所需的原子吸收分光光度计完全靠自给的日子已经为期不远了。

第三节 原子吸收分光光度计发展的特点和趋势

原子吸收分光光度计是一种技术密集程度较高的大型精密仪器,它和其他光谱仪器一样是科学技术高度发展的产物,所以,它的发展具有如下特点:

1. 从20余年的发展来看,原子吸收分光光度计的发展就是不断地、及时地把精密机械制造技术、自动控制技术、电子技术、信息处理技术、计算机技术和光学、物理学、数学等有关学科的最新成就吸收进来加速自身发展的过程。换句话说,原子吸收分光光度计的发展水平在一定程度上反映了当代科学技术的水平。

2. 纵观原子吸收分光光度计的发展历史,我们可以发现,在整个社会科学技术发展缓慢时,原子吸收分光光度计的发展也比较迟缓,而在整个社会科学技术发展迅速时,原子吸收分光光度计的发展也很迅速。这充分说明了原子吸收分光光度计的发展,既受到整个社会科学技术发展的推动,又受到其限制。

综上所述，原子吸收分光光度计的发展规律，可以用这样两句话来描述：原子吸收分光光度计的发展受到当代科学技术水平的推动和限制，同时，原子吸收分光光度计本身的水平也在一定程度上反映了当代科学技术的发展水平。或者说，原子吸收分光光度计的发展具有强烈的时代特色。

前面的讨论给了我们如下的启示：我们在讨论原子吸收分光光度计的未来发展时，绝对不能脱离社会环境，孤立地去进行研究，而必须把原子吸收分光光度计置于社会的科学技术发展之中来加以研究。这就是说，在讨论原子吸收分光光度计的发展趋势时，首先要分析社会科学技术发展的现状，看看哪些科学技术可以推动原子吸收分光光度计的发展，哪些科学技术又需要新一代的原子吸收分光光度计来为其提供必要的分析结果。鉴于这种认识，我们认为，在今后的三五年中，原子吸收分光光度计会在以下几个方面有所发展：

1. 微机技术的发展和广泛应用，给原子吸收分光光度计带来了革命性变化，大大扩展了仪器的功能。随着微机技术的进一步发展，微机在原子吸收分光光度计上的控制和信息处理功能将会不断扩大，并逐步实现仪器的智能化。

2. 随着电子技术的发展和微机功能的不断扩展，双光束仪器有可能逐步为结构简单、使用方便的单光束仪器所取代。

原子吸收分光光度计在刚问世时是单光束型的。由于受到光源强度波动的影响，所以，单光束仪器的基线稳定性较差。双光束原子吸收分光光度计的商品化，有效地克服了单光束仪器的缺点，但由于结构复杂和光能损失严重，不仅使仪器的成本提高，而且还造成了光电倍增管散粒噪声的增加，使检测结果的信噪比降低，直接影响了测定结果的准确性。事实上，即使不通过较复杂的计算机处理，单光束仪器的缺点也是可以通过提高光源的稳

定性、使备用灯提前预热和在使用时经常调零等办法来加以克服；而双光束仪器所存在的缺点却是系统本身所固有的，是无法克服的。所以，长期以来，单光束仪器不但一直没有被淘汰，而且还有不断发展的趋势。譬如：世界上生产原子吸收分光光度计的主要厂家一般都同时生产双光束和单光束两种产品；近年来各企业生产的产品中，单光束的比重一直在增加中，据说就连一贯注重发展双光束仪器的美国帕金—埃尔默公司也在最近推出了单光束原子吸收分光光度计新产品，日本的日立公司在70年代中期推出170系列单光束原子吸收分光光度计以后，就停止了所有双光束仪器的生产。到目前为止，我们还没有见到哪一个外国企业决定停止单光束仪器的生产而只生产双光束仪器。

我国原子吸收分光光度计的生产企业虽然比较多，但是，由于生产能力的限制，每个企业生产的产品品种都比较单调。通常是一些企业只生产单光束仪器，而另一些企业则只生产双光束仪器。可是，一些过去只生产双光束仪器的企业近来正在加紧试制单光束仪器；而那些过去只生产单光束仪器的企业却无意发展双光束仪器。

综上所述，单光束仪器有压倒双光束仪器的趋势。澳大利亚的 P.P.Tiddell 和 P.C.Wildy 在完成了双光束和单光束原子吸收分光光度计的噪声对比试验以后所作的结论（详见《光谱仪器》1986年第1期第38页），证实了这种发展趋势的必然性。

3. 原子吸收分光光度计应向着廉价、简便的方向发展。

近来，国外有些原子吸收分光光度计愈做愈复杂、价格也愈来愈高。美国帕金—埃尔默公司生产的ICP6500型原子吸收分光光度计，全套售价约12万美元，是澳大利亚立柏公司生产的8410型单道扫描ICP光电直读光谱仪的销售价格的2倍多。笔者认为，发展全（功能非常全）、贵（销售价格昂贵）和广（使用范围特

别广)的产品,至少不是我国原子吸收分光光度计的发展方向。

目前,原子吸收分光光度计已经成为一种各行各业中不可缺少的需要量较大、使用面极广的微量元素分析仪器。因此,在我国现有的经济条件下,如果坚持全、广、贵的发展方向,必然会失去许多本来属于原子吸收分光光度计的用户,大大缩小了其销售市场。这不仅影响了原子吸收分光光度计生产技术的发展,而且还会影响原子吸收分光光度计应用技术的进一步推广。只有把主要精力放在降低成本,提高仪器的可靠性上,在保持必要功能的前提下。尽可能简化仪器结构、方便使用。以原子吸收分光光度计所固有的廉价、简便、实用的特点来吸引广大用户。保住并进一步扩大现有的销售市场,这才是加速发展我国原子吸收分光光度计的主要方向。

4. 原子吸收分光光度计将向着多元素同时测定或多元素自动顺序测定的方向发展。

原子吸收分光光度计的一个主要缺点是,每测定一个元素就要更换一支空心阴极灯,既麻烦又费时,从目前的情况来看,多元素同时分析或多元素自动顺序测定的目标正在逐步实现。其实实现的途径主要有两个:

(1) 通过多元素空心阴极灯的进一步发展和逐步推广应用来实现。但由于多元素空心阴极灯中各元素间的光谱干扰及制灯工艺等因素的限制,每个灯能兼容的元素数不会太多,每种元素共振线的发射强度也不能达到单元素灯的水平。所以,这方面虽有进展,但近期不会有突破性的发展。

(2) 通过采用自动回转灯架来实现。由于电子技术和计算机技术的迅速发展,为采用自动回转灯架实现原子吸收分光光度计多元素自动分析在技术上创造了必要的条件,最近美国瓦里安公司来华展出的 SpectrAA-40型和 SpectrAA-40型 Zeeman原子

吸收分光光度计就采用了可装 8 个空心阴极灯的自动回转灯架。分析工作者可根据工作需要,通过输入相应的分析程序来自动变换工作灯,并可根据最佳分析条件自动选择波长和缝宽,还可以自动控制火焰。如果用来分析少于 8 个元素的样品或对生产过程进行质量控制,只要调整好仪器、输入相应的分析工作程序指令后,就可以实现无人操作、自动分析。这种技术就为原子吸收分光光度计走出实验室成为一种新的在线分析仪器创造了必要的条件。

日立制作所的最新产品——Z6100 型原子吸收分光光度计,也第一次采用了带 4 个灯的自动回转灯架。因此,我们认为,这种自动回转灯架将会不断发展。

第四节 我国原子吸收分光光度计的发展方向

近 20 年来,我国原子吸收分光光度计的发展速度是很快的,这既是我国科学技术进步的必然结果,又反映了我国四化建设的迫切需要。原子吸收分光光度计的发展与全世界工业界普遍关心的质量、品种、环境保护、安全和技术经济效益等五大技术发展问题及生物科学、微电子学和新材料学科的发展都是息息相关的。由此可见,原子吸收分光光度计的进一步发展,可以推动和促进我国科学技术及生产水平的不断提高;同时,原子吸收分光光度计的发展水平又是国家科学技术水平高低的客观反映。所以,大力发展原子吸收分光光度计,努力提高其技术水平,这无论对我国科学技术水平的提高还是国民经济的发展都具有十分重要的现实意义。因此,可以预言,我国原子吸收分光光度计的制造业,在相当长的一段时间里,将仍然是一个蓬勃发展的行业,其发展的前景是相当乐观的。关键在于我国的原子吸收分光光度计生产企业如何进一步提高产品质量和发展速度,并把握其正确