



邵阳职业技术学院
Shaoyang Polytechnic

学生毕业设计

课 题 原子分光光度法测定矿泉水中铜含量的
试验设计

系（部） 生物工程系

年 级 2021 届

学历层次 三年制大专

专 业 药品生产技术

班 级 药品 1181

学生姓名 彭 玉 容

设计起止时间 2020 年 10 月 16 日-2021 年 6 月 5 日

指导老师 汤佩芬

邵阳职业技术学院 毕业设计成果

产品设计	工艺设计	方案设计
		√

设计题目: 原子分光光度法测定矿泉水中铜含量的试验设计

学生姓名: 彭玉容

学 号: 201818301882

系 部: 生物工程系

专 业: 药品生产技术

班 级: 药品 1181

指导老师: 汤佩芬

原子分光光度法测定矿泉水中铜含量的试验设计

第一部分 设计背景

人体必须的微量元素其中包括铜，人体摄入铜不足或者过量，对机体会产生影响，甚至会导致不同的疾病发生，虽然铜中在人体内的含量极低但是遍布在身体的各个器官和组织，主要分布于肝、脑、心和肾中，铜在人体内主要以含铜金属酶的形式发挥重要作用，参与铁の利用、造血、磷脂的合成。人体摄入足够的铜，可在流感病毒表面聚集较多的铜离子，从而为维生素攻击流感病毒提供有效的“靶子”，促使病毒表面发生破裂，置病毒于死地。在阿斯匹林里加上一点铜盐能够增强它治疗风湿性关节炎伤风感冒的疗效。除此之外，铜还可以防治白发病，妇女不孕，孕妇胎膜早破等。

由于工业化的发展，金属制品的制造与使用的广泛，使得各种金属元素普遍存在于各种污水（包括工业污水、生活污水和土壤液）之中。随着人口的快速增长和城市化进程的加快，生活污水的排放量剧增，若这些未经处理污水中含有过量的重金属元素，有可能与天然水体中的各种物质作用而被积聚，从而引起二次污染。我们饮用的矿泉水与水源地的水质关系密切，人们经常引用矿泉水，矿泉水中铜含量的多少关乎人民的身体健康，水中铜含量的测定意义重大，因此做此毕业设计。

第二部分 设计依据

矿泉水是人们日常所需要的饮用水之一，矿泉水含有多种对人体有益的物质和游离的二氧化碳，根据国家规定，矿泉水中所含铜的含量 $<0.1\mu\text{g}/\text{ml}$ ，而矿泉水它的测定方法有荧光光度法、紫外分光光度法等，其中原子吸收光谱法是测定方法中最为稳定、实验结果偏差最小的方法，原子吸收光谱法根据物质产生的原子蒸气对特定波长光的吸收作用来进行定量分析的。每一种元素的原子不仅可以发射一系列特征谱，也可以吸收与发射线系列相同的特征谱线。

当光源发出铜元素 324.75nm 的特征谱线通过铜基态原子蒸气的时候，铜原子的外层电子回通过选择性的吸收该特征波长的谱线，从而引起入射光强度的减弱，减弱的程度与该溶液中铜的浓度成正比，即 $A=Kc$ （其中 A：吸光度，K：吸收指数，c：浓度）

第三部分 实施步骤

1. 检测方法概述

检测水中金属元素常用的方法有分光光度法、原子吸收法（AAS）、电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）、离子色谱法等。近半个世纪以来，原子吸收光谱法是广泛用于定量测定试样中单独元素的分析方法。其具有选择性级、灵敏度高、取样量少、简便快速等特点，目前也是测定水中金属元素常用的方法。常用的原子化技术有火焰原子化（FAAS）和石墨炉原子化（GFAAS），但就重现性而言火焰原子化要比迄今提出的所有其它原子化方法都好。该法适用于测定易原子化的元素是 AAS 中应用最为普遍的一种，对大多数元素有较高的灵敏度和检测限，且易于操作。

2. 试验原理

将样品或消解处理好的试样直接吸入火焰，火焰中形成的原子蒸气对光源发射的特征电磁辐射产生吸收。将测得的样品吸光吸光度和标准溶液的吸光度进行比较，确定样品中被测元素的含量。

直接吸入火焰原子吸收分光光度法测定快速、干扰少，适合分析废水和受污染的水。萃取或离子交换火焰原子吸收分光光度法，适合于清洁水的分析。石墨炉原子吸收分光光度计灵敏度高，但基体干扰比较复杂，适合于分析清洁水。本方法适用于地表水、地下水和废水中的镉、铅、铜和锌的测定，适用浓度范围与仪器的特性有关。

3. 试验仪器及试剂

3.1 仪器

①AA-6300C 原子吸收光谱仪；②毛细管；③烧杯 100ML；④容量瓶 50ML（7 个）；⑤移液枪；⑥刻度吸管（25ml）；⑦吸气胶头；⑧空气压缩机（QSAC-106）；⑨铜空心阴极灯；⑩乙炔钢瓶等。

3.2 试剂及材料

①去离子水；

②硝酸（硝酸（优级纯 AR））；

③高氯酸（优级纯 AR）；

④铜标准溶液 准确称取 0.5000g 光谱纯金属，用适量 1+1 硝酸溶液溶解，必要时加热直至溶解完全。用水稀释至 500ml，此溶液每毫升含 1.00mg 的金属铜。

⑤铜标准使用溶液：取 50ml 铜金属标准贮备液于 1L 容量瓶中，用 0.2%硝酸定容至标线，此标准溶液每毫升含铜为 50.0ug。

⑥某厂家的矿泉水样。

4. 试验步骤

4.1 标准溶液的配制：

吸取铜标准使用溶液 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00 和 10.00ml, 分别放入 6 个 100ml 容量瓶中, 用 0.2%的硝酸稀释定容后, 摇匀。

铜标准使用溶液体积 (ml)	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
铜标准溶液浓度 (ug/ml)	0	0.25	0.50	1.50	2.50	5.00

4.2 样品预处理

取 100.0ml 水样放入 300ml 烧杯中, 加入硝酸 5ml, 在电热板上加热消解 (不要沸腾), 蒸至 10ml 左右, 加入 5ml 硝酸和 2ml 高氯酸, 继续消解, 直至剩余体积为 1ml 左右。如果消解不完全, 再加入硝酸 5ml 和高氯酸 2ml, 再次蒸至 1ml 左右。取下冷却, 加水溶解残渣, 移入预先用酸洗过的 100ml 容量瓶中, 用水稀释至标线。

取 0.2%的硝酸 100ml, 按上述相同的程序操作, 以此为空白样。

4.3 标准加入法铜工作溶液的配制

取若干个 (如四个) 100ml 的容量瓶, 各加入 25.0ml 试样溶液, 然后依次分别加入 0.00, 1.00, 3.00 和 5.00ml (50ug/ml) 铜的标准溶液, 用 0.2%的硝酸稀释定容后, 摇匀。

5. 样品检测

5.1 原子分光光度计的操作

(1) 开机: 打开电脑, 使光谱仪主机开机。

(2) 启动操作软件: 双击桌面上的启动操作软件, 选择仪器输入登录用户, 点击确定。双击元素, 点击连接 (使工作软件与仪器建立连接)。

(3) 自检: (绿色: 通过 红色: 未连接)。

(4) 打开空气压缩机 (QSAC-106)、空气压缩机主机电源, 将空气压缩机的输出压力调整到 0.35Mpa

(5) 安全水封加满水: 检查安全装置, 安全水封中加满水, 将仪器的火焰罩拿掉, 打开安全水封的盖子, 并加入水, 直到水从废液管内流出, 冰恢复原样。

(6) 元素测定选择: 测定元素: Cu

(7) 编辑参数: 点灯方式: NON-BGC、在点灯栏中打勾, 谱线搜索: Cu ; 吸收波长: 324.75nm ; 燃烧器高度: 3mm ; 铜空心阴极灯工作电流: 2mA; 光谱宽带: 0.2。

(8) 设置标准曲线和样品参数:

浓度单位: ug/ml 行数: 7 (点击更新)

0.0000	0.5000	1.0000	2.0000	3.0000	4.0000	5.0000
--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

(9)点火准备: 逆时针: 打开乙炔总阀 ; 顺时针: 打开乙炔减压阀 (压力: 0.1Mpa 左右); 总压力: 0.09Mpa。以上调整好, 同时按住黑白两开关装置点火。

5.2 测铜标准系列的吸光度

放入去离子溶液中清毛细管洗 2-5s, 仪器先用 0.2%的硝酸调零后, 分别吸入空白样和试样进行测定, 首先测浓度为 0.5ug/ml 的溶液, 然后依次从低浓度到高浓度标准系列的吸光度, 在仪器工作站上, 直接读出试样中的金属浓度值即可 (可保存、打印标准曲线或标准方程)。将所有的溶液测完后, 并将毛细管移除, 关闭乙炔, 按放气按钮放气, 使乙炔压力表回零, 最后关闭空气压缩机, 再放气。

5.3 计算

(1)绘制标准曲线, 见图 1.

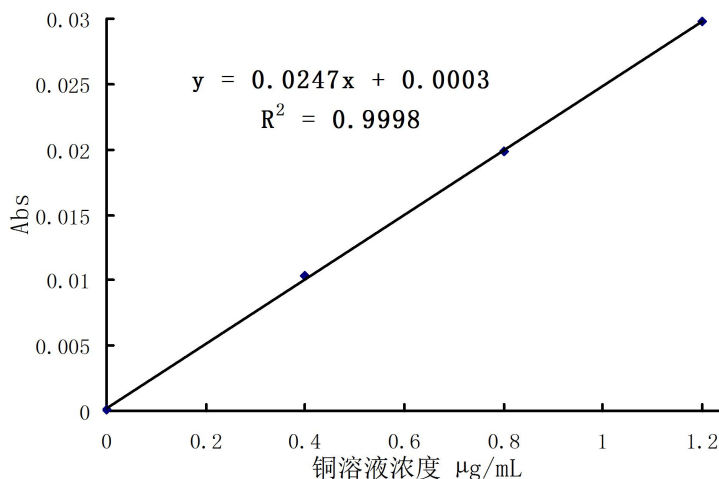


图 1 铜溶液的工作曲线

(2)计算被测金属含量 (mg/L) =m/V

式中, m: 从校准曲线上查出或仪器直接读出的被测金属量 (ug);

V: 分析用的水样体积 (ml)。

第四部分 预期结果

国家规定, 矿泉水中所含铜的含量<0.1ug/ml, 符合国家规定。

设计的该试验, 还需要注意以下事项。

1. 雾化器：雾化器作用是将试液雾化。它是原子吸收光谱仪重要部件，其性能对测定灵敏度、精密度和化学物理干扰等产生显著影响。雾化器喷雾越稳定，雾滴越微小均匀，雾化效率也就越高，相应灵敏度越高，精密度越好，化学物理干扰越小。雾化器调节目前都是通过人工调节撞击球和毛细管之间相对位置来实现。应将雾化器调节到雾滴细小而均匀，最好是雾滴在撞击球周围均匀分布。

2. 试液提升量：提升量大小影响到灵敏度高低。过高或过低的提升量会使雾化器雾化不稳定。每个厂家仪器提升量范围各不相同，各自有一定变化范围。增大提升量办法有：(1) 增大助燃气流量，这样增大负压使提升量增大；(2) 缩短进样管长度，缩短进样管长度使管阻力减小，使试液流量增大。相反，如想降低提升量，则可以减小助燃气流量或加长进样管长度。

3. 元素的分析线：每种元素的分析线有很多条，通常共振线灵敏度最高，经常被用来作为分析线，但测量较高浓度样品时，就要选择次灵敏线，即在灵敏性好和干扰小之间选择适宜的分析线。

4. 操作者：在仪器条件最佳且一定的情况下，操作者的熟练与决策往往直接影响了分析的结果。因此在实际操作时，实验人员必须严格按照仪器的相关要求来执行，同时细心和仔细地分析一切可能或已经出现的问题，实验过程必须符合分析化学的严谨性要求。

参考文献

- [1] 张伟. 原子吸收光谱法在食品重金属检测中的应用【J】，科学咨询，2018（7）：77
- [2] 姚月龙，邵康群，黄天翔. 原子吸收光谱法在食品中金属检测中的应用分析[J]. 食品安全导刊，2018（15）：108.
- [3] 陈六平，邹世春. 现代化学实验技术，科学出版社，2007年20月第一版, 实验38 火焰原子吸收光谱法测定污水中的铜和铝，385-387.
- [4] 朱明华，仪器分析[M]. 第二版，北京：高等教育出版社，1992.
- [5] 陈峰华. 利用 UV-260 型分光光度计进行污水金属离子检测. 太原重型机械学院学报. 2004, 04: 259-261.
- [6] 董维广，吕孝江，刘志涛. 生活污水中金属离子含量的测定与分析. 牡丹江师范学院学报. 2006, 03: 35-36.

[7]吴红文, 黄坚萍. 微波消解—ICP—AES 法测定土壤中的金属元素. 上海水务. 2007, 23: 14-16.

[8]耿薇, 郑敏, 魏永生, 马占营. 原子吸收光谱法检测水中金属元素的研究进展. 咸阳师范学院学报. 2010, 25: 41-44.

[9]杜进祥. 分析化学中的检出限、测定限与检测限. 广西师范大学学报. 2003, 21: 349-350.