

如何选购原子吸收光谱仪

- 原子吸收光谱分析法在无机元素微量和痕量分析中占有极为重要的地位，也是光谱分析中最主要的分析仪器，其应用在地矿、冶金、环境检测、医疗、商检等行业及大专院校和科研院所里得到极为广泛的应用。目前各大生产原子吸收的厂家在技术上各有优势，国内火焰法分析精度也可以与国外仪器抗衡，但总体来说国外厂商在仪器自动化、背景校正技术、石墨炉原子化、火焰原子化改进（原子捕集）、连续光源及仪器革新技术方面的发展比国内的势头要好，当然了不同的层次有不同的用户，不同的用户有不同的选择，只要物尽其能，人尽其力，我觉得就不错了，这是我的观点。

对于原子吸收的采购，个人认为首先应该明白下面几个问题：

你是用原子吸收做普通分析还是做研究（考虑机子的档次）？

做什么行业的样品（考虑测定的基体）？

要分析样品里的什么元素（考虑 AAS 测定的方式）？

样品里的被测定元素含量范围是多少（考虑测定的准确性和选择）？

领导给你准备了多少钱（考虑机子的范围）？

在知道了上面的内容后就可以向厂家要仪器样本（仪器样本的内容很有讲究的，大家一定要注意其中的名堂哦，有的厂家故意模糊概念、夸大其辞、隐含弊端，因此，对于不了解的方面必须要通过各方面渠道来获取可靠信息或通过合同来约定法律责任）了。详细了解各厂家的仪器样本后，可以通过其他途径（仪器用户、论坛等）来了解你感兴趣的型号，确定大体的机型范围，再拿自己的标准样品走访仪器厂家的分析室（如果条件许可，可以随同他们的检验人员观测一下仪器的测定过程，有些仪器样本描述里不太明白的东西可以向他们咨询，亲身体会哦，很重要的），在经过亲身经历后，就可以根据仪器厂家分析结果的准确性和自己的喜好进行决定性选择了。

下面着重谈谈在普通分析用户采购原子吸收[光谱仪](#)时本人认为需要注意的几个方面：

注：下面所描述的仅是单方面的性能，而一台完善的原子吸收需要来看其整体性能的设计的是否平衡，应用人员的知识层次，因此，在采购原子吸收时大家可以带着这些问题去做实地的考察和样品测试过程，选择适合自己的就是最完美的。由于水平有限，错误纰漏之处难免，希望同行的朋友不吝指教。

1. 光路系统：光路系统应主要了解系统的光源和光源分布、单色器结构、色散元件的性能、波长扫描及性能、光谱带宽、检测器性能。

1. 1 光源和光源分布:

原子吸收光源主要是空心阴极灯、无极放电灯、连续光源，制造空心阴极灯的技术比较成熟，没有什么太大问题，而无极放电灯目前只有砷、铋、镉、铯、铷、锆、汞、磷、铅、钙、铈、碲、硒、钛、锌几种元素的，相对于各元素对应的空心阴极灯具有背景小、发射强度大、光源干扰少的优点，但其成本也高，至于连续光源是最新发展的技术，要配合其他部件才能发挥其强大的功能。总体来说做为光源要求高强度，高稳定性，干扰少。采购需要注意的是测定砷、汞、铋、铈等用空心阴极灯测定时灵敏度低的元素最好选用无极放电灯。光源分布简单的说就是空心阴极灯架（连续光源不考虑这个问题）的结构，现在一般的原子吸收[光谱仪](#)都具备了至少两个灯架，有的多达 8 个，灯多，一次予燃，可以减少测定过程中等待空心阴极灯预热的时间，其实就这么点优点，不过 VARIAN AA280FS 采用了快速序列技术，据说可以达到单道扫描 ICP 的分析速度。在设计中有的采用固定灯架，有的采用可移动的灯架。需要说明的是个人觉得采用灯架固定的比较好，因为低熔点元素的灯在预热的情况下来回转动可能损坏空心阴极灯，还要注意选用对灯的调节要比较方便好使的，当然了如果能有软件自动调节最佳位置和设置参数的更好，这个主要是考虑资金和使用者自己的情况来确定，另外对分析需要无极放电灯用户，要考虑有无极放电灯的灯架。BCC:G8

1. 2 单色器结构:

主要有 Ebert 型（如热电 S 系列、GBC 等），C-T 型（应该是 Ebert 型的一种改进）（如华洋、普析、瑞利、上海精密、岛津、VARIAN、北京瀚时 CAAM-2001、JENA VAVIO 6、ZEEnit60/700、日立的等），Littrow 型（如 PE6/7/800 的等），Echelle 型（以大色散为著称，如 JENA ContrAA、PE 的 SIMAA6000、热电 M 系列等）。其中 C-T 型即水平对称设计的，比较多，由于准直镜的象差被成像物镜抵消，因此可以消除象差影响；Ebert 型的象差也比较小；Littrow 型的，光学元件少，结构紧凑，不过有较大的象差；Echelle 型以较大的衍射角和较高级次的谱线工作，并与其他棱镜等低色散的光学器件连用作成高色散中阶梯光栅单色器，其和面阵检测器结合，可以同时接受整个工作波长范围的光谱信息，因此如果光源和通道具备条件的话可以进行多元素同时分析的。我们在分光系统选择中尽量考虑比较少光程和内部材料(镀膜的、全反射)对光的吸收比较少的，以免影响分析过程中光的能量损失和不稳定，还有一个考虑就是最好分光系统能够密封，防尘，放腐蚀，同时尽量减少其他杂散光的影响，至于双光束的设计，各厂家针对自己的总体设计都有自己的特色，我们的要求就是只要能消除光源不稳定对测定的影响就 OK 了。对于其实际使用分辨率的要求只要在光谱带宽为 0.2nm 可以分辨开 Mn279.5nm 和 Mn279.8nm 即可。

1. 3 色散元件:

目前的一般都采用光栅做为分光器件,是光路系统的核心器件,作用吗?很简单就是把元素发射的共振线和其他发射线分开。由于空心阴极灯本身发射锐线辐射,因此在普通原子吸收中,只要求光栅具有中等分辨能力即可(对于连续光源原子吸收的要求可就高了,需要大色散的中阶梯光栅或高分辨的单色器),线刻槽密度要不小于 1200 条/mm(中阶梯光栅除外,我看现在各厂家的最不好的都是 1200 条/mm 的,大部分都高于这个的),线色散率倒数范围大约在 1.5-3.0nm/mm(看了不少仪器样本,基本上都不大于 1.6 nm/mm),中阶梯的在 0.xnm/mm,例如:热电的 M 系列的是 0.5nm/mm,PE 的 SIMAA6000 为 0.1nm/mm(在 200nm,113 级),0.4nm/mm(在 800nm,28 级),这个量小表明色散率大,即光栅的色散性能好哦,理论上线槽密度越大(光栅常数越小)、焦距越长,其色散性能越好,对于具有闪耀特性的光栅,其衍射光能量主要集中在以闪耀波长为中心的一定波长范围(这个计算需要的朋友可以参考相关手册来计算相关的波长范围)内,相对于以前的普通光栅而言,具有很高的集光效率,可以把 80%的能量集中到所需的波长范围,对于双闪耀波长的,在更广的波长范围内有较高的光通量,而光栅面积的大小反应了光栅波长选择器的输出功率:即光学系统在光路中分出谱线时,以尽可能小的强度损失提供有用辐射光束的能力的大小,在光栅的倒线色散率一定的情况下,光栅波长选择器的输出功率与光栅面积成正比,

对于光栅波长选择器性能而言，在不考虑透射、反射损失的前提下，理论上面积越大越好。

1. 4 波长扫描及性能：

最好是在有自动的前提下，也可以手动扫描，便于仪器检定和进行临近线扣背景，一般的机子都具备这个功能的，其波长重复性方面要求其不大于 0.3nm，示值误差不大于 0.5nm 就可以了。

1. 5 光谱带宽：

光谱带宽是通过单色器出射狭缝后的光束波长区间的宽度（nm），与光栅的倒线色散率和出射狭缝有关，而对于特定的仪器倒线色散率一定，所以只与出射狭缝成正比。如果做的样品复杂的话，考虑有比较多的可调控制，便于消除分析过程中的邻近线干扰和调节测定的灵敏度，如：Ni 的 232.0nm、231.0nm、231.6nm 要是在光谱带宽为 1nm 时，没办法分开这 3 条谱线，使测定灵敏度降低，要是将光谱带宽变成 0.2nm，就可以分开了，测定灵敏度将明显提高，一般可调选择范围在 0.1-2.6nm，这个大部分的仪器都具备此功能，看到有的仪器不但可以调节狭缝宽度，还可以调节高度，这个可以在采购时测试一下，看是否对测定真的有影响，按理由于光通量变化了应该是有影响的，我的没有，在此不便多言。

1. 6 检测器:

现在原子吸收的检测器主要是以普通的不同规格的 PMT 检测器为主，也有的以 CCD (PE6/7/800、JENA 的部分机型等) 为检测器的。做为原子吸收的检测器应在 190- 900nm 范围内有光谱响应，这个可以用 As193.7nm 和 Cs852.1nm 做边缘能量检测，要求瞬时噪声小于 0.03A，其基线稳定性（静态、点火）用铜灯 30min 内应不超出 $\pm 0.0044A$ 。PMT 检测器通过光电转化来检测接受到的信号的，其光谱响应范围受光敏材料的限制，存在漂移和暗电流（暗电流至少要小于 10-10A，暗电流越小 PMT 的质量越好），读出噪声相对较大，不能同时获得连续光谱的信息，但是做为常用主要检测器，他以增益高、灵敏度高、响应快、成本低在原子吸收[光谱仪](#)发展中有过光辉的历程，并且其技术现在也在不断的发展更新中。而 CCD 检测器是通过电子的存储和转移来检测信号的，其量子效率高，基于对检测信号的测量方式的不同，他相对 PMT 来说在配备连续光源和大色散的中阶梯光栅时可以提高测定的线形范围 5-6 个数量级，也可以同时进行多元素分析。CCD 检测器在整个光谱分析区范围内有比较高的灵敏度，更适合微弱光的检测，但他对弱光的检测是基于长时间积分的基础上的，因为他是一种积分型检测器，由于其具有最底的分布电容，因此其读出噪声较低，暗电流（受温度影响，需要制冷恒温环境）也明显比 PMT 的低。不论从光子效率、暗电流、读出噪声、多元素同时分析、线形范围等各方面来说其性能都具有明显的优势，

是以后原子吸收[光谱仪](#)发展的一种必然局势（如：JENA 的 ContrAA 连续光源 AAS“世界第一台商品化连续光源原子吸收”）。

2. 原子化系统：普通的分析中主要使用火焰和石墨炉原子化器。

2. 1 火焰原子化系统：

使用火焰原子化器其吸喷量应在 3-6ml/min，雾化效率应不小于 8%，测定铜的检出限应不大于 0.008ug/ml,测定 5ppm 的铜的 RSD 要小于 0.5%。

火焰原子化器主要包括雾化室、雾化器、撞击球、扰流器、燃烧头、液封盒、气体控制系统，这些器件也是测定时条件优化主要对象。雾化室一般都是用有机树脂材料构成，有聚四氟乙烯、聚丙烯等耐腐蚀材料构成，在采购这个时的考虑主要是其设计是否合理（一般的是没问题的，要是有问题他的测定精度和准确度就达不到），不过应该注意一点，个人观点，我曾用 AA230 时发现他的雾化室支撑设计的不是太好，一不小心，在调节其他按钮时就会移动，那样的话，半天的条件优化就白做了。至于雾化器当然要选择高效率雾化和可调（包括可以调节撞击球）的最好了，根据我的使用经验，撞击球最好是树脂类的材料，玻璃、陶瓷的消耗比较大（太脆了，一不小心就调节断了），扰流器主要是用于过滤大雾滴，增强火焰测定的稳定性，燃烧头应该可以前后上下可调的，其制作材料主要有钛的、渗铌的、不锈钢的、铟-钨合金等，口径也有 0.5mm*50mm(氧化亚氮-乙炔火焰)、0.5*100mm(空气-乙炔火焰)的，最好选择热稳定性要好、耐腐蚀、耐高盐样品、不宜堵塞的，需要注意一

点，就是如果测定的元素要用氧化亚氮-乙炔火焰的，需要选择专用的燃烧头，切不可混用，以防发生危险。气体控制系统最好能够计算机全程控制，空压机要有过滤装置。由于乙炔属于易燃气体，因此在采购时最好能够考虑一系列的安全连锁装置及提示信息，防患于未然。

2. 2 石墨炉原子化器

使用石墨炉原子化器测定镉的检出限、特征质量和精密度应不大于 2pg、1pg、5%

石墨炉原子化器相对与火焰原子化具有体积小、检出限低（越 3 个数量级）、用样量少、分析时间长的特点，石墨炉原子化的缺点主要是基体蒸发时可能造成较大的分子吸收，炉管本身的氧化也产生分子吸收，背景吸收较大，一些固体微粒引起光散射造成假吸收，因此使用石墨炉原子化器必须要选择背景校正装置，并且对于比较复杂基体的推荐在塞曼校正模式下进行分析。其主要包括炉体、电源、冷却水、气路系统，商品仪器炉体又分为横向加热和纵向加热的，纵向加热（如：PE700、VARIAN SpectrAA-Duo、热电 S、M 系列、HITACHI Z5000、岛津 AA63/6800、Agilent3510 等）的由于要在石墨管两端的电极上进行水冷，造成沿光路方向上存在温度梯度，使整个石墨管内具有不等温性，导致基体干扰严重，影响原子化过程，针对上述问题，商品产品经过多次的改进，又发展了平台原子化（是比较重点的一个方面，在改善纵向石墨炉加热方面有很大的贡献）、探针原子化、电容放电强脉冲加热石墨炉，这在一定程度上或多或少的弥补了纵向的缺点，但还是没有解决根本问



题。而横向石墨炉（如：PE 的 6/800、JENA 的 VAVIO 6、 novAA 400
Zeenit600/650/700、普析的 TAS986/90 系列、GBC 的 Avanta u