原子荧光光谱仪的使用与日常维护

秦克刚
(武汉理工大学材料研究与测试中心,湖北 武汉 430070)

摘 要 本文从 AFS-930 型顺序注射双道原子荧光光谱仪操作者的角度，介绍了该仪器的使用与维护，仪器工作环境的要求，仪器的特点、性能以及样品前处理要求，仪器维护的各种注意事项等等,对 AFS-930 型顺序注射双道原子荧光光谱仪的使用者和管理者具有一定的参考价值。

关键词 原子荧光光谱仪;使用;维护

原子荧光光谱分析是一种灵敏度高、分离效果好,分析速度快的成熟分析技术,用于砷、汞、硒、锑、铋、锡、硒、碲、铅、锗、镉、锌等十一种元素含量的痕量分析,广泛应用于建筑材料、矿物、环境检测、地质普查等等领域。

1 仪器工作原理

待测元素的溶液与硼氢化钠(钾)混合,在酸性条件下,砷、硒、锑、铋、锡、碲、铅、锗等可生成氢化物气体(如砷化氢、硒化氢等),汞可生成气态原子态汞,镉、锌可生成气态组分,从溶液中逸出,通过与氩气、氢气混合后进入到原子化器中(并被点燃),气体组分在高温下分解并转化为基态的原子蒸汽,通过该元素的空心阴极灯产生的共振线激发,基态原子跃迁到高能态,它再重新返回到低能态,多余的能量便以光的形式(也就是原子荧光)释放出来。根据原子荧光强度与被测物浓度成正比可测得试样中待测元素的含量。

2 AFS-930 的进样及反应过程

由注射泵模块泵入的样品(载流)、还原剂经混合反应块混合反应后,反应混合物进入气液分离器,气液分离后,废液由泵管排出,载气和反应后得到的气体氢化物和多余氢气直接进入原子化器内管,被石英炉芯端口外特制点火丝加热使氩气和氢气燃烧形成氩氢火焰,氩氢火焰使氢化物原子化。

3 仪器的特点

可同时测定双元素,砷、汞、硒、锑、铋、锡、硒、碲、铅、锗、镉、锌等十一种元素含量的痕量分析。配有极坐标转盘式自动进样器;可单标准自动配置标准曲线、在线自动稀释高浓度样品、在线自动加还原剂(掩蔽剂)等试剂。实现人机分离,自动检测。

4 对待测样品的要求

(1)固体样品需要 0.5～2g,处理成澄清的酸性溶液状态;样品处理建议使用微波消解的几点理由:①挥发性元素砷、汞可以被保留在溶液中,防止挥发造成结果的偏差和对环境的污染。操作人员也避免接触有害的气体。②使用微波消解减少样品处理所需的时间,提高工作效率。③通过温度、压力

＊＊

野外勘察中应重视对原生或次生结构面的调查。同时,由于花岗岩残积土的一些工程特性,边坡应分台阶开挖,及时防护,注意防排水。

3 结语

花岗岩残积土因其特定的成因、成分、组织结构决定了其相对特殊的工程地质特性,认识了解这些特性,充分发挥其残余强度,更好地服务工程实践活动。

水是花岗岩残积土发生软化、崩解的直接诱因。在水的作用下,花岗岩残积土的力学性质会明显变差。因此,在工程活动中应重视花岗岩残积土区的水文地质工作。

参考文献

[1] 吴能森,等.花岗岩残积土的成因、分布及工程特性研究. 平顶山工学院学报,2004,13(4)
[2] 朱德昌.花岗岩残积土的试验及测试研究.福建建筑,1999, 63(2)
[3] 林沙滨.闽东南沿海地区花岗岩残积土物理力学特性. 福建省交规院院庆 40 周年论文集,2004
[4] 程进宏.残积土地区人工挖孔桩失效的岩土原因浅谈. 岩土工程界, 2001,5(2)
[5] 简文彬,等.花岗岩残积土的崩解试验研究. 第九届土力学及岩土工程学术会议论文集(上册). 北京:清华大学出版社,2003:25-28

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

参数的控制，可以保证消解的质量，保证反应完全一致的平行性和重复性。

⑵ 液体样品需要 10～20ml，不含悬浮的固体微粒和胶体或纤维。

5 常用试剂

硼氢化钠（钾）（分析纯）；氢氧化钠（钾）（优级纯）；盐酸、硝酸（优级纯）；硫脲、抗坏血酸（优级纯）；元素标准储备溶液（1mg/ml）；氩气（99.99%（带减压表））。

6 对工作环境的要求

须有良好排风设备；须有稳定电力供应；室内工作温度为 15～30℃；湿度小于 75%。

7 使用仪器进行检测之前，需要做的工作

⑴ 检查水封里是否封好；

⑵ 泵管夹上滴上一滴甲基硅油；

⑶ 装上检测要用的元素灯；

⑷ 仪器开机预热；

⑸ 打开氩气瓶，调节分压表压力 0.2～0.3MPa 之间；

⑹ 配制好还原剂，载流液，标准溶液，现配先用；

⑺ 处理好待测样品。

8 仪器操作中要注意的问题

⑴ 测汞含量时，打开仪器主机电源和顺序注射器电源，若汞灯不亮用点火枪激发一下。测汞含量时，无需点火。

⑵ 检查元素灯光斑是否对正，用调光器进行调节。

⑶ 测试完毕后要进行清洗，点击清洗程序，把载流、还原剂毛细管放入清水中，点清洗。清洗时，可以用不点火方式清洗仪器。

⑷ 清洗完毕后，再关闭软件，关主机电源和顺序注射器电源，松泵管压块，关电脑，关氩气。

⑸ 样品管、容量瓶和一切用过的器皿，凡是需要再次使用的，都要清洗干净，并用 10%硝酸浸泡、清洗干净之后再用。

⑹ 因仪器的测定灵敏度较高，需特别注意各方面的污染。

⑺ 如果样品基体较为复杂，应尽可能先排除干扰。

⑻ 安装元素灯时，灯插头凸处一定要同插座的凹处吻合，且不要带电插拔，否则会损坏仪器。

⑼ 在测试时要先开气瓶，以防止液体倒灌，腐蚀气路系统。

⑽ 泵管的维护要得当，注意管压头松紧程度合适，不要让泵管空载运行。注意泵管一定要无泄漏。

⑾ 如遇突然停电，就关掉电源开关，关紧氩气瓶阀门，等来电了再重新开始测试。

9 仪器常见故障及其解决办法

⑴ 开机打开软件后，提示通讯失败。产生这个状况的原因是 仪器和计算机之间的通讯电缆接触不良。解决办法是检查通讯电缆并重新连接。

⑵ 仪器停止运行并提示无载气。产生这个状况的原因是载气压力不足，气保开关不灵敏，控制电路故障。可以将气保开关插头用短路子短接，若此现象消失，则说明气保开关内的弹簧压力太大，可将气保开关上部的顶丝拧松；若此现象依旧，说明故障出在控制电路部分，需换主板。

⑶ 仪器不能自动识别元素灯或识别错误。若带电插拔元素灯则容易损坏单片机，造成元素灯识别错误。解决办法是请厂家维修电路主板。

⑷ 自动进样器开机后不复位。产生这个状况的原因可能是驱动电路故障；光敏对损坏；电缆故障或接触不良，还可能是 机械故障。解决办法是更换自动进样器驱动板或顺序注射控制板；或光敏对；或更换电缆；或是厂家维修。

⑸ 注射器卡住或运行不畅并伴有较大噪声。产生这个问题的原因可能 驱动电路故障或接触不良；也可能是 机械故障导致。解决办法是检查连接电缆插头或厂家维修。

10 结束语

AFS-930 型顺序注射双道原子荧光光谱仪是测量痕量元素的精密仪器，应该严格按照仪器说明书的要求，正确操作，定期小心细致地维护；多多摸索排除仪器故障的经验，增强动手能力，减少故障和维修成本，延长仪器的使用寿命，保持仪器的高灵敏度，保证分析结果的准确性。

参考文献

[1] 郭小伟，杨密云，张锦茂，氢化物无色散原子荧光光谱仪的研制，光谱学与光谱分析，1983(3)124

[2] 北京吉天仪器有限公司，原子荧光应用手册（内部资料，2005 版），北京，

作者简介：秦克刚，女，汉族，湖北红安县人，1963 年 2 月出生，高级实验师职称，从事材料分析研究与测试及其教学工作。

?1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net