

AFS 系列原子荧光光谱仪的日常使用与维护探析

刘远彪 (中海油 (广东) 安全健康科技有限责任公司, 广东 湛江 524057)

摘要: 原子荧光光谱仪在日常的使用和维护中, 涉及到的内容有很多, 相关工作人员应提前明确其仪器工作环境要求以及仪器特点等内容, 保证相关不利操作不会对其性能产生影响。本文根据以往工作经验, 对 AFS 系列原子荧光光谱仪的工作原理和仪器特点进行总结, 并从仪器应用前的准备工作、仪器在应用过程中的常见问题和解决策略两方面, 论述了原子荧光光谱仪的使用与日常维护情况。

关键词: AFS 系列; 原子荧光光谱仪; 日常使用; 日常维护

原子荧光光谱仪本身具备很强的精密度 (一般情况下其检出限能达到或更低: As、Se、Pb、Bi、Sb、Te、 $\text{Sn} < 0.01 \mu\text{g/L}$; Hg、Cd $< 0.001 \mu\text{g/L}$), 应用自动化水平很高, 而且还能展示出能耗低、灵敏度高等优势, 在化学检验分析领域中比较常见, 属于是成熟度极高的分析技术。在实际测量任务执行上, 该设备能够实现对砷、汞、硒、锡、铅、铋、锑、碲、锗、镉、锌等元素的痕量测量^[1], 这也使其在矿物、物料等众多领域中得到了广泛的应用^[2]。但也是由于原子荧光光谱仪分析精度高, 灵敏度高, 其对设备维护保养要求也很高, 对使用过程中的注意事项也要十分重视, 否则有可能会造成设备损坏或降低寿命, 检测数据不准确等后果。本研究通过以国产某 AFS 系列原子荧光光谱仪为例, 对其日常使用须注意事项和其日常维护探析, 使仪器能保持良好运行状态, 为我们的工作提供优质的服务。

1 原子荧光光谱法概述和原子荧光光谱仪的工作原理

原子荧光光谱法 (AFS) 是介于原子发射光谱 (AES) 和原子吸收光谱 (AAS) 之间的光谱分析技术。它的基本原理是基态原子 (一般蒸汽状态) 吸收合适的特定频率的辐射而被激发至高能态, 而后激发过程中以光辐射的形式发射出特征波长的荧光, 是通过测量待测元素的原子蒸气在辐射能激发下产生的荧光发射强度, 来确定待测元素含量的方法。

原子荧光光谱仪在应用过程中, 主要是借助于氩气这种惰性气体作为载气形式, 保证能够将气态氢化物和大量氢气和氩气相接触, 之后将混合气体转移到原子化装置之中, 并进行加热操作。用于加热的火焰一般都是特制的, 通过该手段加热氢气和氩气, 能够确保氢化物的迅速分解, 被测元素也会被离解成基态原子蒸气, 其基态原子的量比单线加热被测元素所出现的基态原子高很多, 往往在几个数量级以上。

2 分析方式

当原子物质吸收特定辐射后, 能够激发出一定能量, 此时, 原子或者是分子能够通过辐射被活化, 促使自身进入到高能级, 此时, 原子或者是分子也就具备“发光”能力。但实际上, 这并不是真正的产生光源, 而是出现了荧光, 在原子和分子吸收大量光辐射之后, 便会出现

荧光, 当激光辐射装置停止后, 原子或者是分子依旧能够处于发光状态, 此时的光被称为磷光。实际上, 无论是荧光还是磷光, 均属于光致发光现象。从实际原子荧光光谱分析中能够看出, 灵敏性和应用性极强, 再加上校正曲线线性范围很宽, 能够实现对两个原子的同时测定, 保证其能够在更多行业中发挥出作用, 如生物医学、材料科学等等, 领域跨度极大。

3 仪器的特点

为了方便研究, 本文以国产某 AFS 系列原子荧光光谱仪为研究对象, 该系列仪器在使用过程中, 可以执行双元素测定操作, 能够测试的元素内容有砷、汞、硒、镉等痕量情况^[3]。在使用时, 还会配置自动进样器, 单标准自动配置标准曲线, 或者是在线自动稀释高浓度样品, 这也是人机分离、自动检测工作开展的基础所在。

该系列原子荧光光谱仪按进样方式的不同可分为: 断续流进样; 间歇泵进样; 顺序注射进样三类。

4 仪器使用前的准备工作

检查待检测物的密封情况, 明确其具体的密封手段。一般来说, 最为常见的密封方式为水密封, 在测定工作开展之前, 工作人员需要看水封密闭性是否处于良好状态。

检查蠕动泵。在泵管夹的夹子上滴一滴甲基硅油, 检查泵管老化情况。

检查各个检测元素等安装情况, 看其是否处于合理状态之下, 如果没有安装完毕, 应及时暂停其他工作, 将元素灯安装好。

在仪器打开之前, 需要执行加热处理。

检查元素灯: 检查是否是待测物质的元素灯, 如需更换元素灯必须在主机电源关闭时操作, 元素灯插头凸出处与插座凹处要对应, 不能硬插。

看氩气瓶是否处于正常运行状态, 在适当时候打开氩气瓶, 将节压表压力数值调整到 0.2-0.3MPa 之间。

试剂: 实验用水: 建议使用阻值在 $18\text{M}\Omega$ 以上的纯净水, 而且要新鲜制备的, 不能使用贮备的水。酸: 必须采用较高纯度的酸, 不能含有被测元素, 在实验前应进行预选, 用待使用的酸按标准空白的酸度在仪器上进行测试, 选用荧光强度值较低的酸。还原剂: 要求采用硼氢化钾 (钠) $[\text{KBH}_4 (\text{NaBH}_4)]$ 的含量 $\geq 95\%$, 配制

时先溶解氢氧化钾(钠),再加入硼氢化钾(钠),配制好后注意避光放置,现用现配。

器皿:实验所用到的容量瓶、烧杯、移液管等玻璃器皿都要用1:1硝酸溶液浸泡12h以上,并用纯净水冲3-4遍,如果是有放置时间的,使用前还要重新冲洗;沾染严重的最好是报废或做其他用途,确实要使用的可采用氧化性强的洗液浸泡再用超声波、加温等手段清洗。尽量使用厂家配置的一次性用器皿。

在试验之前,工作人员还要检查溶液特性,看其是否存在变质等问题,这其中最为常见的溶液类型有还原剂、标准溶液等等,并以现配现用为原则。在检测之前,试验人员还要对待测物品做最后的检查。

5 在操作仪器过程中需要注意的问题

开关机顺序:开机:先开计算机、仪器主机电源、进样器电源、氩气,待仪器进入复位待机状态后,开操作软件,先执行仪器自检测试,正常后才可进行分析。关机:退出操作软件、关仪器主机电源、进样器电源、关机计算机、断电、关气。如遇元素灯不亮,可直接应用点火枪执行激发操作以点亮元素灯。

可以应用调节器实现对元素灯内部光斑的调节,直到光斑与待检测物质处于对应状态。

当测试工作结束后,需完成对仪器的清洗操作,此时,试验人员应严格按照清洗顺序要求进行。

当仪器清洗工作结束后,还需根据特定程序将仪器安置好,避免其受到其他因素破坏,此时,仪器放置顺序为清洁完毕、关闭软件、断开主机以及顺序注射器电源、关电脑和氩气开关。

当样品管和容量瓶等装置在应用完之后,试验人员应立即对其进行清洗,或者是浸泡在1:1硝酸溶液之中,等到清洁程序全部结束后,才能再次应用。

注意外界是否存在容易被污染的物质。

由于样品自身集体情况比较复杂,在试验之前,人们需要将周围存在的干扰物质清理出去,保证试验结果的准确性。

6 仪器使用时存在的问题以及解决对策

在使用时,很容易出现电源和仪器之间接触不良现象,所以说,在打开软件时,如果出现提升通讯失败情况,工作人员也不要过分着急,可以先检查电缆以及连接口,之后进行设备的重新连接。

当仪器打开后,也存在立即停止以及提升无载气等问题。该类问题的出现,主要是由于载气压力不足所导致的,或者是由于气保开关不灵敏,引发新的控制电路故障问题。此时,工作人员可以先将气保开关插头利用短路子进行短接,当该种出错问题消失后,证明气保开关内存在较大的弹簧压力,此时,工作人员还需要开展具体的调节操作。

过程还容易出现仪器不能识别元素灯,或者是识别错误情况。之所以会出现这种问题,主要是由于元素灯操作不合理,如带电插拔等等。维修时,应厂家售后人

员更换或维修电路主板。

7 日常维护

蠕动泵:该系列原子荧光光谱仪不管是断续流进样、间歇泵进样还是顺序注射进样的都配有蠕动泵,特别是前两种型号的,其所配置的蠕动泵是作为进样使用,蠕动泵状况好坏对进样稳定有决定性的影响,直接影响分析准确性。主要原因是蠕动泵的辊轮与泵管挤压时的脉动不稳以及泵管受挤压变形和老化引起的进样量漂移等,解决方案是:①保证辊轮表面光洁,不能生锈,有杂物等,每次运行都要加一两滴甲基硅油润滑;②经常检查泵管的弹性,已经老化变形的要更换,更换时要整辊的泵管换,不要只换单根。泵管不能空载运行,否则会加快老化程度;③顶块的使用,蠕动泵顶块在停机时要松开,开机时夹上,要根据进液量调节其松紧程度,以达到最佳状态。

实验结束后的清洗:每次实验结束后,其残液不要留在设备内,要使用纯净水进行冲洗,要清洗干净进样系统和反应器,并把水排干净。

氢化反应时要观察其反应程度,避免反应过烈或进液量大导致液体、气泡喷出一级气液分离器的上部出口,液体进入氢气管路,有可能会损坏原子化器等部件。

本设备使用酸碱较多,不要将酸碱液放在设备上及周围同,不小心沾染的要及时擦拭,否则将对设备防腐不利。

原子化器的石英炉芯如使用不当较易被污染,应及时有效正确清洗干净。

光路的调节:元素灯点亮后,要通过灯架上的四个调节螺丝进行调整,使灯发出的光斑落在原子化器石英炉芯的中心线与透镜的水平中心线的交汇点上。此点比较重要,每次更换元素灯都要调节,每次做实验时要进行检查。

仪器及所属元素灯如长时间没有使用,应每半个月开机预热,最少半个小时。

8 结论

综上所述,原子荧光光谱仪在应用,能够确保相关元素痕量得到精准测量,在操作过程中,工作人员应严格按照说明书要求进行,避免仪器受到不必要的破坏。还要在工作中积极总结仪器故障排除经验,在降低维护成本的同时,保证其使用时间得到延长,提升分析结果的准确程度。

参考文献:

- [1] 姚振兴,辛晓东,司维,赵杰,陈国栋,赵伟,杨健,杜斌.重金属检测方法的研究进展[J].分析测试技术与仪器,2011,17(01):29-35.
- [2] 怀闪闪,汤有宏,徐小伟,程伟,郭乾玲,朱娜娜,孙猛,张燕.原子荧光光谱仪测定粮食中汞含量的不确定性[J].酿酒科技,2020(12):113-117.
- [3] 白帆.便携式原子荧光光谱仪快速检测环境水样中的砷含量分析[J].低碳世界,2020,10(11):25-26.