

原子荧光光度计在砷测定过程中出现的一例故障及故障排除方法

秦宏伟 吴星 朱爱国 姜国华 王剑

(山东省农科院中心实验室,山东省食品质量与安全检测技术重点实验室,济南 250100)

摘要 介绍了原子荧光光度计中原子化器温度降低在砷测定过程的故障现象、故障诊断及故障排除方法。阐述了由于测定原理不同,原子化器温度降低对砷、硒、汞检测影响的差异。

关键词 原子荧光光度计 原子化器 点火炉丝 砷

目前的原子荧光光度计工作原理均基于氢化物发生(蒸汽发生)体系,即利用硼氢化物作还原剂,将被测元素还原为单原子蒸汽或氢化物等气态成分,气态成分由载气(一般为氩气)携带至原子化器进行原子化,生成被测元素的基态原子。基态原子吸收特征辐射能量后变为激发态,激发态原子在返回基态的过程中将吸收的能量以荧光的形式释放出来,荧光强度由光电检测器转化为电信号,经放大转换和数据处理后输出,光度计通过检测荧光的强度而得知被测元素的含量。在此过程中,点火炉丝供电电压下降将使原子化器温度降低,严重影响被测元素的基态原子的形成,导致实验失败。以下主要介绍原子荧光光度计在测砷过程中出现的一例仪器故障及检修过程。

1 故障分析与排除

1.1 故障现象

原子荧光光度计(AFS-3000)在检测砷元素时荧光强度极低,且不随标准系列浓度变化而改变,标准系列各浓度的荧光强度几乎和空白相同。

1.2 故障判断与排除

根据仪器工作原理,故障点可能发生在荧光检测器、原子化系统、氢化物发生系统、气路系统以及电子线路部分。

(1) 荧光检测器和电路部分检查

在仪器自检程序中打开“空芯阴极灯和检测电路自检”对话框,屏幕上弹出相应能量显示画面,用反光杆(可用笔或手指代替)在原子化器正上方晃动,使人为模拟的光信号将元素灯的发射光反射到光检测器,对应测量通道能量光带长度随之发生明显变化;将砷元素灯安装在另一个检测通道上,重复上述检测步骤,进行A、B道交替试验。两道能量光

带长度均能随之发生明显变化,证明灯供电线路和元素灯及两个检测通道电路系统都工作正常。

(2) 氢化物发生体系和气路系统检查

仔细观察各泵管,发现各管均无滴液漏液现象,且样品和还原剂流速正常,反应器中有大量气泡产生,氢化物反应正常;将二级汽液分离器输入端的毛细管取下并插入至纯净水中,测试过程中观察到气泡数量随蠕动泵的工作周期发生周期性变化;同时,二级汽液分离器到原子化器石英炉芯连接管无脱落或破裂。由此排除流路系统有阻塞或泄露故障。

(3) 原子化系统检查

进入仪器工作程序,点燃原子化器点火炉丝,观察发现其亮度略暗。测量炉丝直流电压只有13 V。而正常应在19.5 V。根据电路分析得知,炉丝供电是由开关电源上输出经三端稳压管LM338K调整后输出到点火炉丝的。此时,调节LM338K调整端电位器P7,输出端电压无变化,判定LM338K损坏。关机,更换后重新调整P7,使输出电压稳定在19.5 V。开机试验,仪器工作正常,故障排除。

2 结论

(1) 利用原子荧光检测砷元素时,生成砷的氢化物,因此必须要提供一定的原子化温度。虽然原子化温度主要由氩氢火焰提供,但炉丝除点燃火焰之外,本身还具有维持炉体温度的作用,因此炉丝供电电压过低虽然能点燃火焰,但炉体温度过低明显会影响原子化效率,导致基态原子生成不足,使荧光强度过低。

(2) 此故障多发生于该企业早期的产品。近两年生产的仪器进行了更改,直接将直流开关电源输出的24 V电压通过4个大功率电阻降压后,提供给

点火炉丝,彻底避免了故障的发生。

(3) 在没有 LM338K 的情况下,也可临时将其输入端与输出端短路,24 V 电压直接供给点火炉丝,以保障检测工作的进行。为避免点火炉丝因工作电压过高而老化加快,必要时可以将开关电源的输出调整到 22 V。

(4) 由于汞元素在原子荧光光度计分析过程中可以直接被还原为原子蒸汽,不以氢化物形式,而以冷原子荧光的方式参与测定,因此不需进行原子化,该故障现象对汞的测量没有影响。而砷、硒等必须生成氢化物的元素,因此要求要保证合适的原子化温度。

TROUBLE AND TROUBLESHOOTING IN THE DETECTION PROCESS OF ARSENIC USING ATOMIC FLUORESCENCE SPECTROMETER

Qin Hongwei, Wu Xing, Zhu Aiguo, Jiang Guohua, Wang Jian

(Central Laboratory, Shandong Academy of Agriculture Science; Inspection Center of Food Quality, Ministry of Agriculture, Jinan 250100, China)

ABSTRACT The fault manifestation, diagnostic procedure and solution for the temperature drop of atomizer in arsenic detection process were introduced. Because of the difference in measuring principle, the impact of the temperature drop of atomizer on the detection of arsenic, mercury, selenium was significantly different.

KEYWORDS atomic fluorescence, atomizer, ignition wire, arsenic

《化学分析计量》征稿启事

《化学分析计量》是全国性分析测试、化学计量专业技术刊物,中国科技核心期刊,美国 CA 收录期刊,中国学术期刊综合评价数据库统计源期刊,中国石油和化工行业优秀期刊,中国兵器工业优秀期刊,山东省优秀期刊。国内统一刊号:CN 37-1315/O6,国际标准刊号:ISSN 1008-6145。双月刊,大 16 开本。单月 20 日出版。

1 征稿范围

分析测试技术,计量行业的法规、政策、标准,管理经验;标准物质的研制及应用,分析、计量仪器的新产品、新技术、新方法,仪器检定、使用、维修经验;相关专业管理技术、文献综述、专题讲座、专题评论、发展动态及相关信息、简讯等。

2 征稿要求和注意事项

2.1 论文要论点明确,叙述清楚,数据准确可靠;文字精炼流畅;引用资料给出参考文献。

2.2 来稿应附中、英文对照题目、作者单位、摘要及关键词、作者姓名及其汉语拼音。按照期刊编辑出版标准化、国际化的要求,特对中、英文摘要作如下规定:①研究性论文的摘要应写成报道性文摘,其中应包括研究对象、研究方法、研究结果与结论等内容;以第三人称编写;不要使用读者难以理解或易于错解的缩略语、简称、代号等;要求字数为 150~200 字。②综述性文章的文摘可以写成指示性文摘,内容应包括文章陈述的主要内容、成果的性质和水平等。以 100~150 字为宜。③应重视对中文摘要的翻译,尽可能使英文摘要与中文摘要相对应。

2.3 文稿简化字以国务院 1986 年 10 月重新公布的《简化字总表》为准;数字请按国家语言文字工作委员会等七个单位公布的《关于出版物上数字用法的试行规定》书写;计量单位请用法定计量单位;特别欢迎以 E-mail 投稿。

2.4 本刊参考文献著录格式采用顺序编码制,以 GB 7714-2005 为依据,引用处依出现的先后顺序以阿拉伯数字排序,并用方括号标注。在文末将参考文献依次列出,其书写格式如下:

期刊: [序号] 主要责任者(姓名要求姓在前、名在后,外文名只要首字母大写,不加缩写点). 文题[J]. 期刊名(外文期刊可用标准缩写,不加缩写点),年,卷(期):起止页。

[1] 陶仁骥. 密码学与数学[J]. 自然杂志,1984,7(7):527-529.

书籍: [序号] 主要责任者. 书名. 版次(第 1 版不写)[M]. 出版地:出版单位,出版年,起止页。

[1] 林文修,魏健美,程旭红,等. 分析化学进展[M]. 南京:南京大学出版社,1995:901

会议文献: 序号 主要责任者. 会议名称[C]. 文献题目. 会议地点,会议日期。

[1] 唐凤军. 第六届全国复合材料会议[C]. 碳/铝复合材料新工艺及设备的研制. 北京,1990:11

电子文献: [序号] 主要责任者 题名:其它题名信息[文献类别]. 出版地:出版者,出版年(更新或修改日期)[引用日期]. 获取路径。

[1] TURCOTTE D L. Fractals and chaos in geology and geophysics[M/OL]. New York:Cambridge University Press,1992[1998-09-23]. <http://www.seg.org/reviews/mccorm30.html>.

3 来稿请发 E-mail 至: anameter@126.com 或 cam@cam1992.com 信箱。

4 本刊将为刊出稿件作者免费赠阅一年期刊。来稿请写明作者姓名、通讯地址、邮政编码和联系电话,以便联系。