

日立 Z-2000 原子吸收分光光度计的使用与 常见故障排除

金 萍,高红秀,石 瑛

(东北农业大学 农学院,黑龙江 哈尔滨 150030)

摘要:原子吸收分光光度计能够灵敏可靠地测定微量或痕量元素。但是该仪器在使用中常出现一些问题。主要介绍了日立 Z-2000 原子吸收分光光度计的测定原理、火焰部分的使用方法、日常维护及保养以及在使用过程中发生的故障和对策。

关键词:原子吸收分光光度计;原理;故障和对策

中图分类号:TH744.12 **文献标识码:**B **文章编号:**1002-2767(2016)02-0156-02 DOI:10.11942/j.issn1002-2767.2016.02.0156

原子吸收分光光度计主要用于痕量元素的分析,具有适用范围广,选择性好,灵敏度高(火焰法 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 数量级,石墨炉法 $\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 数量级),准确度高,分析速度快等优点,因此,被广泛用于食品、医药卫生、环保、冶金、地质、石油化工等工农业生产的微量分析和痕量分析^[1-4]。但是测定每种元素均需要相应的空心阴极灯,这给检测工作带来了不便。原子吸收光谱仪是一种高精密的光学仪器,合理的安装、维护、保养及正确的使用是做好原子吸收光谱分析的基础^[5]。为了正确的操作使用日立 Z-2000 原子吸收分光光度计,及时排除实验过程中发生的故障,就其测定原理、使用方法以及在使用过程中积累的经验进行总结,为研究人员正确使用和维修原子吸收分光光度计提供依据。

1 基本原理

原子吸收光谱法与可见、紫外分光光度法的基本原理相同,都是基于物质对光选择吸收而建立起来的一种光学分析法。在原子吸收光谱法中,吸光物质是待测元素的基态原子对光的选择吸收,这种光是由待测元素制成的空心阴极灯作为光源。空心阴极灯作为光源发射的特征谱线通过被测物质的原子蒸汽时,原子中的外层电子将选择性地吸收该元素所发射的特征波长的谱线。这时透过原子蒸汽的入射光将减弱,其减弱的程度与蒸汽中该元素的浓度成正比,吸光度符合吸

收定律: $A=\lg I_0/I$,根据这一关系可以用工作曲线法或标准加入法来测定未知溶液中某元素的含量^[6-8]。

2 使用方法

原子吸收分光光度属于精密仪器,必须由专人看管,在使用原子吸收分光光度计时必须严格遵照仪器使用说明书所规定的操作程序进行操作^[9]。其操作步骤为:

- (1)检查仪器,准备空心阴极灯和气体。
- (2)打开计算机,光度计主体和排风电源。
- (3)启动 AAS 程序,设定测量条件。
- (4)打开空气压缩机,使压力在 0.5 MPa 左右。
- (5)打开乙炔气瓶开关,使压力在 0.09 MPa 左右。
- (6)供应冷却水,水压范围在 35~50 kPa。
- (7)点火,气体泄漏试验窗口打开,确保执行气体泄漏试验,以保证安全。
- (8)吸入纯水 5 min。
- (9)执行自动调零。
- (10)测量标准样品,未知样品。
- (11)结束测量,存贮,编辑,打印测量结果。
- (12)吸入纯水 5 min。
- (13)熄火,停止冷却水。
- (14)终止 AAS 程序。
- (15)关闭光度计和 PC 机电源。
- (16)除去空心阴极灯,停止气体供应和排放。

3 发生故障与对策

表 1 是典型故障的可能原因和排除措施,这些典型故障是火焰法中常遇到的故障,如果遇到的故障不在这张表中,说明仪器可能有问题了,在这种情况下,应联系维修工程师,及时解决问题。

收稿日期:2015-12-04

基金项目:“十二五”农村领域国家科技计划资助项目(2012BAD02B05-4)

第一作者简介:金萍(1962-),女,黑龙江省哈尔滨市人,硕士,高级实验师,从事实验室建设与管理工作。E-mail:jinp19621208@163.com。

4 仪器日常维护与保养

仪器不仅仅会使用,仪器的维护和保养也至关重要,必须要进行周期性的检查和维护(每次测量前,每周,每 6 个月,每年),为了确保安全地和高准确地进行分析操作,应做到 5 点:

(1)空心阴极灯的检查和维护:检查空心阴极灯的窗口有无污染。如果窗口已被污染,用干净的纸擦拭。当使用的空心阴极灯超过额定使用寿命时,请更换新灯。

(2)水泄漏的检查:因为长时间的使用软管会硬化和失去弹性,所以每年要更换一次,在使用前检查有无水泄漏。

(3)检查排气管道:气体泄漏的检查,用肥皂水抹在室内和室外的气体管道接口处,并确保这些连接处没有气体泄漏。每年更换一次气体软

管,如果发现有擦伤或裂纹,即使不到一年,也要更换。

(4)检查和清洗燃烧头:当燃烧头的沟槽部分堵塞时,用一张薄纸,例如名片,在燃烧头的内壁上摩擦以除去粘附的物质,如果碳粘附在沟槽周围,使用一竹片或类似的东西除去它。要在每次测量之前,给火焰吸入至少 15 min 的蒸馏水,以净化燃烧头,并能预防燃烧腔的内部扩大。

(5)检查和清洗雾化器:在火焰分析模式中,通过吸入 5 mL 的蒸馏水来检查雾化器的条件,如果在 1~2 min 吸完,那它就是正常的。如果堵塞,首先去除雾化器的保护套,从雾化器的毛细管上断开毛细管,然后插入干净的金属线(P/N139-0143),一直插到毛细管的底端,拉出干净的金属线之后,再装上毛细管的防卫套,检查雾化器的运行。

表 1 原子吸收分光光度计常见故障与排除(火焰部分)

Table 1 Atomic absorption spectrophotometer common faults and ruled out(flame)

症状 Symptom	可能的原因 Probable reasons	检查和排除 Check and ruled out
火焰不点火	燃烧头沟槽堵塞	检查火焰条件和燃烧头沟槽并清洗沟槽
达不到所需的灵敏度	燃烧头沟槽堵塞	检查火焰条件和燃烧头沟槽并清洗沟槽
	喷雾器堵塞	吸入纯水,并检查吸入的程序,清洗喷雾器
	波长设定不适当(波长偏离,不适当的波长/狭缝宽度/灯电流)	检查所显示的灯的光谱并进入适当的数据值,再次执行设定的条件
	错误的灯(元素)	检查灯室,更换正确的元素灯
	燃烧头的高度失调	检查燃烧头高度,调到适当的位置
	乙炔气流量减小	检查乙炔气罐的压力,更换新的
	原子化温度不足以熔化元素的原子	使用高温炉
	样品粘度太高	吸入样品,检查吸入程度,通过稀释或分解来降低样品的浓度
	由于在样品中共存物质的干扰	执行与标准溶液的灵敏度的比较借助稀释或萃取来降低共存物质的浓度,对于某些元素,加入基质修饰成分
重复性不好	燃烧头沟槽堵塞	检查火焰条件和燃烧沟槽,并清洗燃烧头沟槽
	延迟时间太短	吸入样品,检查从吸入到信号稳定之间的时间,设定较长的延迟时间
恢复的速度不合适	由于样品中共存物质的干扰	借助稀释或萃取降低共存物质的浓度,对于某些元素加入基质修饰成分
	样品粘度太高	吸入样品检查吸入的程度,借助于稀释或分解来降低样品的粘度
基线不稳定	灯恶化	检查灯的光谱并更换新灯
	灯的电流不合适	调节灯的电流至合适程度
	错误的灯(元素)	检查灯室,更换正确的灯

5 结论

随着科学技术的发展,人类意识的提高,人们对重金属微量元素的分析越来越重视,原子吸收分光光度计发挥着越来越重要的作用。如何使用好该仪器,有效改善仪器和分析结果可靠性,受到广大科技工作者的重视。在平时应用中应多积累

经验,仪器出现故障时,操作人员可以进行分析,及时处理,解决不了的问题,再由厂家派人维修^[10]。还应注意仪器的维护和日常保养,加强实验室环境管理和操作人员的技能培训,这样才能提高仪器的使用寿命,极大地提高工作效率,使其为教学和科研服务。