

# 原子吸收光谱仪

## 的使用维护和故障分析及排除

邢 志

清华大学分析中心

地址：清华大学理科楼4205

电话：62781687

Email: [xingz@chem.tsinghua.edu.cn](mailto:xingz@chem.tsinghua.edu.cn)

[xingz@mail.tsinghua.edu.cn](mailto:xingz@mail.tsinghua.edu.cn)

2004 年 5 月 19 日星期三



物理

清华大学理科楼

# ■ 仪器日常维护计划

## ■ 简单故障判断及维护

# 仪器日常维护计划

## 一、目的

规范原子吸收分光光度计的维护，确保仪器各功能部件的正常使用和延长使用寿命。

## 二、适用范围

适用于原子吸收分光光度计的维护。



# 仪器日常维护计划

## 三、职责

- 操作人员负责日常维护、开机检测、做好设备使用记录。
- 保管人员负责仪器的日常管理，定期维护、保养。
- 科室负责人和办公室负责联系厂家工程师到本单位进行一年一次维护。
- 科室负责人监督上述人员履行有关职责。

## 四、维护规范

1、每次关机及分析结束当做好以下工作：

- 放干净空压机贮气灌内的冷凝水、检查燃气是否关好；用水彻底冲洗排废系统；

- 如果用了有机溶剂，则要倒干净废液罐中的废液，并用自来水冲洗废液罐；

- 高含量样品做完，应取下燃烧头放在自来水下冲洗干净并用滤纸仔细把缝口积碳擦除然后摔掉水滴晾干以备下次再用。同时继续用纯水喷雾几分钟以清洗雾化器。

- 清除灯窗和样品盘上的液滴或溅上的样液水渍，并用棉球擦干净，将测试过的样品瓶等清理好，拿出仪器室，擦净实验台；

- 关闭通风设施，检查所有电源插座是否已切断，水源、气源是否关好；

- 使用石墨炉系统时，要注意检查自动进样针的位置是否准确，原子化温度一般不超过 2650 ℃及尽可能驱尽试液中的强酸和强氧化剂，确保石墨管的寿命。

## 2、每月维护项目

- 检查撞击球是否有缺损和位置是否正常，必要时进行调整；
- 检查毛细管是否有阻塞，若有应按说明书的要求疏通，注意疏通时只能用软细金属丝；
- 检查燃烧器混合室内是否有沉积物，若有要用清洗液或超声波清洗；
- 检查贮气罐有无变化，有变化时检查泄漏，检查阀门控制；  
每次钢瓶换气后或重新联结气路，都应按要求检漏
- 整个仪器室的卫生除尘。



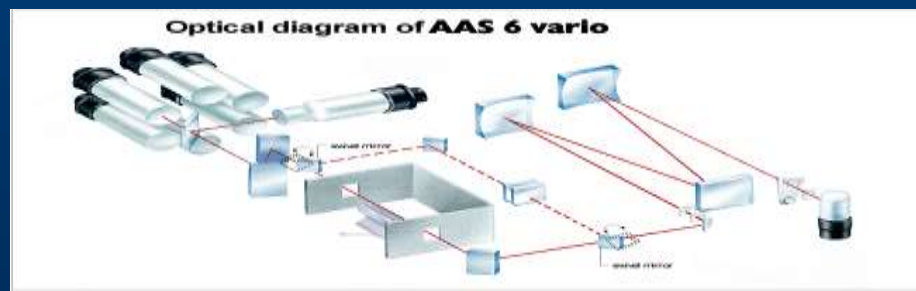
3、每年请厂家维修工程师进行一次维护性检查。

## 4、更换石墨管时的维护

● 石墨炉的清洁：当新放入一只石墨管时，特别是管子结构损坏后更换新管，应当用清洁器或清洁液（20 ml 氨水 + 20 ml 丙酮 + 100 ml 去离子水）清洗石墨锥的内表面和石墨炉炉腔，除去碳化物的沉积；

● 石墨管的热处理：新的石墨管安放好后，应进行热处理，即空烧，重复 3-4 次；

● 石墨锥的维护：更换新的石墨锥时，要保证新的锥体正确装入。



## 五、原子吸收光谱仪器工作时发生紧急情况的处理方法：

- 仪器工作时，如果遇到突然停电，此时如正在做火焰分析，则应迅速关闭燃气；若正在做石墨炉分析时，则迅速切断主机电源；然后将仪器各部分的控制机构恢复到停机状态，待通电后，再按仪器的操作程序重新开启。
- 在做石墨炉分析时，如遇到突然停水，应迅速切断主电源，以免烧坏石墨炉。
- 操作时如嗅到乙炔或石油气的气味，这是由于燃气管道或气路系统某个连接头处漏气，应立即关闭燃气进行检测，待查出漏气部位并密封后再继续使用。

显示仪表（表头、数字表或记录仪）突然波动，这类情况多数因电子线路中个别元件损坏，某处导线断路或短路，高压控制失灵等造成另外，电源电压变动太大或稳压器发生故障，也会引起显示仪表的波动现象。如遇到上述情况，应立即关闭仪器，待查明原因，排除故障后再开启。

如在工作中万一发生回火，应立即关闭燃气，以免引起爆炸，然后再将仪器开关、调节装置恢复到启动前的状态，待查明回火原因并采取相应措施后再继续使用。

# ■ 仪器日常维护计划

## ■ 简单故障判断及维护

以下介绍的故障,使用者均可自行调整、修理。

由于原子吸收分光光度计属精密仪器,维修时必须注意:

- (1) 检查和维修单色器内部时,不能碰触光学元件表面;
- (2) 维修印刷电路板时,不要损伤电路板上的印刷电路;
- (3) 维修前要切断原子化系统的气源、水源,关闭气体钢瓶的总阀,以防造成事故。

# 气 路 部 分

定期检查管道、阀门接头等各部分是否漏气。漏气处,应及时修复或更换。

经常察看空气压缩机的回路中是否有水。如果存水,要及时排除。对储水器及分水过滤器中的水分要经常排放,避免积水过多而将水分带给流量计。

对无噪音的空压机,由于使用了油润滑,要定期排放过滤器及储气罐内的油水,并经常察看压缩机气缸是否需要加油。仪器长期置于潮湿的环境中或气路中存有水份,在机器使用频率不高的情况下,会使气路中阀门、接口等处生锈,造成气孔阻塞,气路不通。当遇到气路不通的情况时,应采取下列办法检查。

关闭乙炔等易燃气体的总阀门，打开空气压缩机，检查空气压缩机是否有气体排出。若没有，说明空气压缩机出了问题，此时应找专业人员维修。若有气体排出，则将空气压缩机的输出端接到原子吸收分光光度计助燃器的入口处，掀开仪器的盖板，逐段检查通气管道，找出阻塞的位置，并将其排除。重新安装时，要注意接口处的密封性，保证接口处不漏气。然后将空气压缩机输出口接到原子吸收分光光度计燃气输入口，按上述办法逐段检查，一一排除，直到全部阻塞故障排除。



# 光源部分

## 现象：空心阴极灯点不亮

可能是灯电源已坏或未接通：灯头接线断路或灯头与灯座接触不良可分别检查灯电源、连线及相关接插件。

## 现象：空心阴极灯内跳火放电

这是灯阴极表面有氧化物或杂质的原因。可加大灯电流到十几个毫安，直到火花放电现象停止。若无效，需换新灯。

## 现象：空心阴极灯辉光颜色不正常

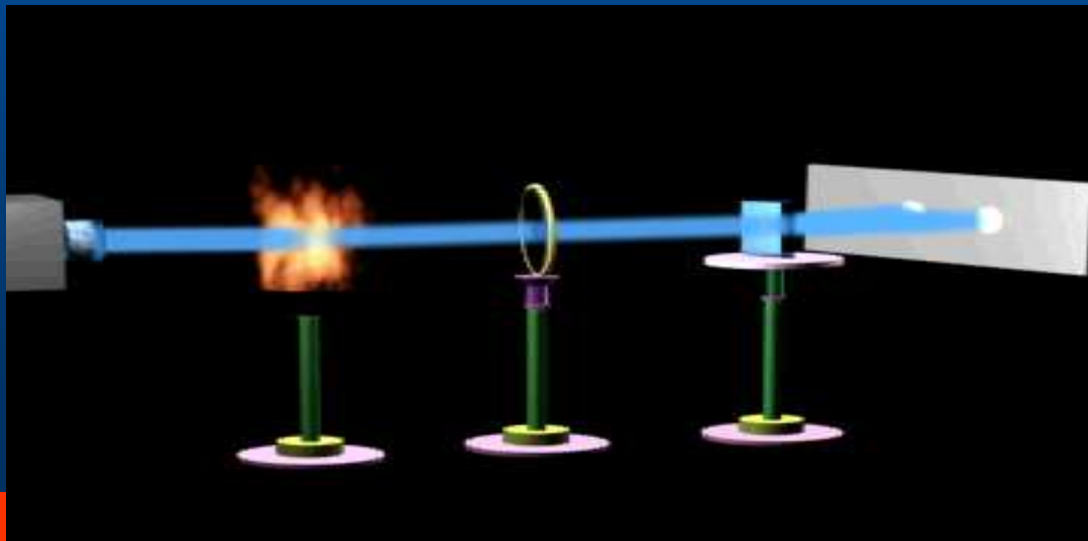
这是灯内惰性气体不纯，可在工作电流下反向通电处理，直到辉光颜色正常为止。

# 雾化器

## 雾化燃烧系统的维护与维修

雾化器的吸液毛细管、喷嘴、撞击球都直接受到样品溶液的腐蚀，要经常维护。若在工作状态不如意时，可清洗或更换雾化器。

雾化器直接影响着仪器分析测定的灵敏度和检出限。



# 仪器无信号输出

| 故障简析                                 | 辨别方法                                                                                              | 故障排除                                                                                                                                                                                                 |
|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 空心阴极灯极性接反，不产生阴极光谱                    | 若极性接反，空心阴极灯筒内不发光，而阳极辉光较强                                                                          | 把空心阴极灯极性对调，重接即可                                                                                                                                                                                      |
| 空心阴极灯谱线没有落到光电倍增管的光阴极窗口上，致使光电倍增管无信号输出 | <p>①由于震动使准直镜俯仰角度发生改变；</p> <p>②光电倍增管座转动，致使光电倍增管通光窗口偏离了光轴；</p> <p>③光电倍增管屏蔽罩松动，屏蔽罩挡住了光电倍增管的光阴极窗口</p> | <p>点亮汞空心阴极灯，灯电流选 5 mA，狭缝开最大，调整波长为546.1 nm，这时应有绿色谱线出现在出射狭缝的平面上，并落在光电倍增管的光阴极窗口上若是①情况，可调准直镜的俯仰角，得到绿色谱线的正确位置即可②的情况则可转动光电倍增管座使透光窗口恢复到光轴方向上③的情况可转动光电倍增管屏蔽罩，恢复原有的位置即可。最后盖上单色器罩，关小狭缝，开启光电倍增管的负高压，即可进行测试。</p> |

# 波长偏差增大

产生原因：准直镜左右产生位移或光栅起始位置发生了改变。

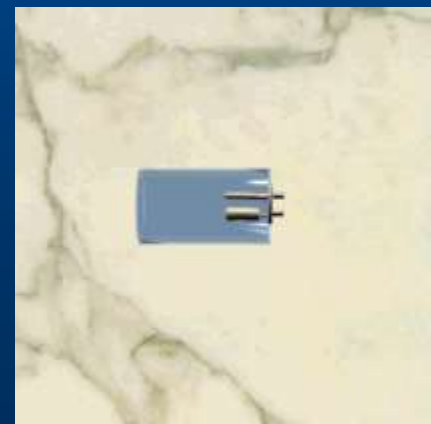
解决办法：利用空心阴极灯进行校准波长。（钙  
镁混合灯；Cu、Pb）

# 电气回零不好

- 阴极灯老化：更换新灯。
- 废液不畅通，雾化室内积水，应及时排除。
- 燃气不稳定，使测定条件改变。可调节燃气，使之符合条件。
- 阴极灯窗口及燃烧器两侧的石英窗或聚光镜表面有污垢，逐一检查清除。
- 毛细管太长。可剪去多余的毛细管。

# 输出能量低

可能是波长超差；阴极灯老化；外光路不正；透镜或单色器被严重污染；放大器系统增益下降等。若是在短波或者部分波长范围内输出能量较低，则应检查灯源及光路系统的故障。若输出能量在全波长范围内降低，应重点检查光电倍增管是否老化，放大电路有无故障。



# 重现性差

| 故障解析                                                                      | 故障解决                                                     |
|---------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| 原子化系统无水封, 使火焰燃烧不稳                                                         | 可加水封, 隔断内外气路通道                                           |
| 废液管不通畅, 雾化筒内积水, 大颗粒液滴被高速气流引入火焰                                            | 可疏通废液管道排除废液                                              |
| 撞击球与雾化器的相对位置不当                                                            | 重新调节撞击球与雾化器的相对位置                                         |
| 雾化系统调节不好, 使喷雾质量差, 是毛细管与节流管不同心或毛细管端部弯曲所致                                   | 重新调整雾化系统或选雾化效率高、喷雾质量好的喷雾器                                |
| 雾化器堵塞, 引起喷雾质量不好                                                           | 仪器长时间不用, 盐类及杂物堵塞或有酸类锈蚀, 可用手指堵住节流管, 使空气回吹倒气, 吹掉赃物         |
| 雾化筒内壁被油脂污染或酸蚀, 造成大水珠被吸附于雾化筒内壁上又被高速气流引入火焰, 使火焰不稳定, 仪器噪声大或由于燃烧缝口堵塞, 使火焰呈锯齿形 | 可用酒精、乙醚混合液擦干雾化筒内壁, 减少水珠, 稳定火焰; 火焰呈锯齿形, 可用刀片或滤纸清除燃烧缝口的堵塞物 |
| 被测样品浓度大, 溶解不完全, 大颗粒被引入火焰后, 光散射严重                                          | 可根据实际情况, 对样品进行稀释, 减少光散射                                  |
| 乙炔管道漏气                                                                    | 检查乙炔气路, 防止事故发生                                           |

# 灵敏度低

● 阴极灯工作电流大,造成谱线变宽,产生自吸收。应在光源发射强度满足要求的情况下, 尽可能采用低的工作电流。

● 雾化效率低: 若是管路堵塞的原因,可将助燃气的流量开大,用手堵住喷嘴,使其畅通后放开。若是撞击球与喷嘴的相对位置没有调整好,则应调整到雾呈烟状液粒很小时为最佳。

● 燃气与助燃气之比选择不当: 一般燃气与助燃气之比小于1:4 为贫焰,介于1:4 和1:3 之间为中焰,大于1:3 为富焰。

● 燃烧器与外光路不平行: 应使光轴通过火焰中心,狭缝与光轴保持平行。

● 分析谱线没找准。可选择较灵敏的共振线作为分析谱线。

● 样品及标准溶液被污染或存放时间过长变质。立即将容器冲洗干净,重新配制。

# 稳定性差

- 仪器受潮或预热时间不够。可用热风机除潮或按规定时间预热后再操作使用。
- 燃气或助燃气压力不稳定。若不是气源不足或管路泄漏的原因，可在气源管道上加一阀门控制开关，调稳流量。
- 废液流动不畅。停机检查，疏通或更换废液管。
- 火焰高度选择不当，造成基态原子数变化异常，致使吸收不稳定。
- 光电倍增管负高压过大。虽然增大负高压可以提高灵敏度，但会出现噪声大，测量稳定性差的问题。只有适当降低负高压，才能改善测量的稳定性。

# 背景校正噪声大

- 光路未调到最佳位置。重新调整氙灯与空心阴极灯的位置,使两者光斑重合。
- 高压调得太大。
- 适当降低氙灯能量,在分析灵敏度允许的情况下,增加狭缝宽度。
- 原子化温度太高。可选用适宜的原子化条件。

# 校准曲线线性差

- 光源灯老化或使用高的灯电流，引起分析谱线的衰弱扩宽。应及时更换光源灯或调低灯电流。
- 狭缝过宽，使通过的分析谱线超过一条。可减小狭缝。
- 测定样品的浓度太大。由于高浓度溶液在原子化器中生成的基态原子不成比例，使校准曲线产生弯曲。因此，需缩小测量浓度的范围或用灵敏度较低的分析谱线。

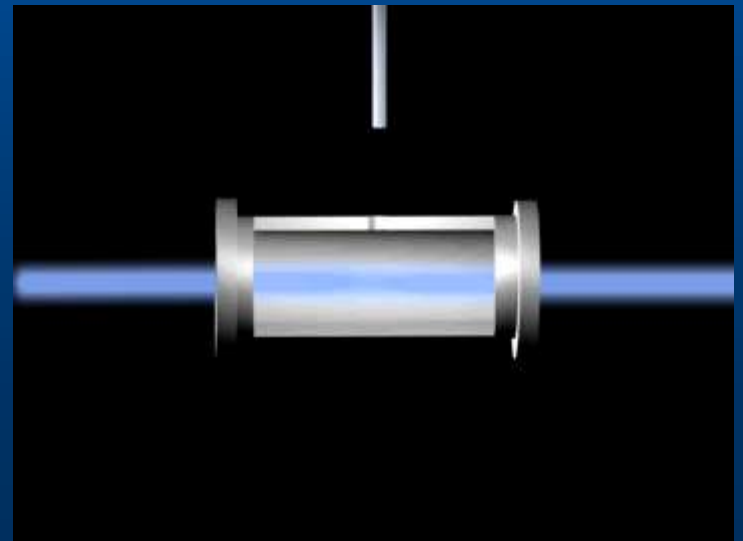
# 产生回火

造成回火的主要原因是由于气流速度小于燃烧速度造成的。其直接原因有：突然停电或助燃气体压缩机出现故障使助燃气体压力降低；废液排出口水封不好或根本就没有水封；燃烧器的狭缝增宽；助燃气体和燃气的比例失调；防爆膜破损；用空气钢瓶时，瓶内所含氧气过量；用乙炔-氧化亚氮火焰时，乙炔气流量过小。

发现回火后应立即关闭燃气气路, 确保人身和财产的安全。然后将仪器各控制开关恢复到开启前的状态后方可检查产生回火的原因。

# 清洗反射镜

酒精乙醚混合液，不接触清洗或用擦镜纸喷上混合液后贴在镜子上，过段时间后掀下。注意镜片不能擦，就是有保护镀层的没经验也少去找麻烦做。



谢谢大家！