

经验交流

火焰原子吸收分析中值得注意的几个问题

赵恒康 甘健民

(中国科学院西双版纳热带植物园, 昆明, 650223)

随着科学技术的发展, 原子吸收光谱分析法的应用日益普及。由于原子吸收分析是微量分析, 灵敏度很高, 为了确保分析结果的可靠性, 分析操作中有几个问题, 应受到高度重视。

1 样品前处理

原子吸收分析是液体进样, 因此必须将固体样品消化为液体, 在此过程中, 应注意既要消化完全, 又要防止消化过程中的蒸发损失。消化不完全或发生蒸发损失, 都会导致结果偏低。现在有关前处理的书籍及资料很多, 可事先查阅相关方法。同时应在前处理过程中带质控标样, 即在每批样品中带入一个标样, 与待测样品同时进行前处理, 整个前处理过程及所用药品试剂完全一致, 以利对全过程进行质控。

2 玻璃器皿

样品前处理, 需用烧杯、量筒、刻度吸管和容量瓶等器皿, 由于原子吸收分析的灵敏度很高, 器皿污染将使结果偏高。因此, 必须重视器皿的清洗工作, 防止污染。另外, 由于玻璃器皿对某些元素有吸附和溶出现象, 处理好的样品和标准溶液, 应即转移至聚乙烯容器储存。

3 标准溶液的配制

原子吸收的定量分析, 需要标准溶液, 在配制标准溶液的时候, 一定要遵循逐级稀释的原则, 如稀释倍数大于 100 倍, 应分两次或多

次稀释。其次, 标准溶液的浓度范围应与待测试样的浓度处于同一数量级。另外, 浓度小于 $1\mu\text{g/mL}$ 的系列标准溶液, 原则上应当天使用当天配制。

4 进 样

在进样过程中, 除了应注意取样毛细管不能阻塞, 也不能有气泡外, 还要尽量保证每次进样时, 毛细管插入样液的深度要一致, 因为液面高度能影响单位时间内的进样量, 从而给读数带来误差。另外, 在进样时, 每两个样品之间, 必须吸喷空白溶液进行清洗, 以免产生污染或记忆效应。

5 灵敏度

原子吸收分析是微量分析, 在大多数情况下, 我们希望灵敏度越高越好。但是根据测光误差曲线, 吸光度在 0.2 ~ 0.7 时, 测光的相对误差较小, 所以应控制样品浓度(稀释或浓缩)、选择仪器条件(灵敏线或次灵敏线、燃烧头角度、灯电流与光电倍增管高压), 尽可能使吸光度在 0.2 ~ 0.7 之间。

6 标准曲线的弯曲

原子吸收定量分析的依据是标准曲线法, 因此应保证其工作曲线在直线范围内。但由于原子吸收分析的线性范围较窄, 不同元素的线性浓度范围不同, 一般为灵敏度的 50 ~ 150 倍。浓度过高, 标准曲线将产生弯曲, 从而使分析结果产生误差。因此, 必须对所用仪器做到心中有数, 即应知道被测元素在该仪器上的

线性浓度范围,以便在前处理过程中正确选择样液浓度,提高分析结果的准确性。虽然近年生产的仪器均具有曲线弯曲的拟合与校正功能,在 0.1~0.9 吸光度范围内,其校正精度优于 0.3%,相关系数达 99.98 以上。但应注意,不是具有该功能就可无限增大浓度范围,

而是有一定极限范围,只能在一定浓度范围内进行校正。

只要我们注意以上几方面的问题,工作中一丝不苟,就能够确保分析结果的可靠性。

收稿日期:1999-03-29

赵恒康,男,高级工程师,主要从事光谱仪器分析与进口大型精密仪器维修。

UV-260 可见紫外分光光度计 两种开机故障的排除

王首珏

(浙江绍兴市药品检验所,绍兴,312000)

UV-260 可见紫外分光光度计是日本岛津公司的产品,具有自动化程度高,性能稳定,精度高等特点,是药检系统中常用的分析仪器。

仪器开机时有一初始化过程,在初始化的同时进行一系列自检。如果有错,仪器会显示相应的出错信息,以便于维修。现将初始化过程中常见的故障现象及排除方法两例介绍如下。

1 故障现象一

开机自检提示:O-SW ERROR

故障分析:O-SW ERROR 信息表示仪器不能正常测定波长原点。能造成测定波长原点故障的原因有:波长扫描马达 M102 损坏,保护波长扫描机构 SW102 开关故障,PB-B3 印刷线路板与马达 M102、SW102 开关接触不良,波长原点遮光器损坏,机械故障,光路故障等。

检修实例一:打开机箱检查,发现开机时仪器的波长扫描驱动电机没有反应,用万用表测定 PB-B3 线路板 CN4 和 M102(马达)之间的连接,接触良好,波长扫描机构正常。检查 SW102 呈开路状态。拨动扫描驱动马达,使波长向 900nm 方向转动,SW102 接通,仪器恢复正常。但故障未彻底消除,数天之内此故障频繁发生。仔细分析观察,发现波长编码器

与遮光器相对位置有偏移,初始化过程中测定波长原点时,波长扫描机构超过其机械位置限度,导致 SW102 开路,以保护电机不致烧毁,调整两者之间的相对位置后故障排除。

检修实例二:打开机箱检查,发现开机时自检测定波长原点,光斑不能到达窄缝,故需调整光路。小心调节反光镜,使机器 O 级光寻找时,光斑能到达窄缝。再开机,机器自检通过。

因仪器光路变动,对波长正确性有影响,故应同时进行波长正确性校正,反复调整反光镜,使波长正确且测定波长原点时,光斑能到达窄缝。至此,故障排除。

在日常维护中发现,仪器误动作,电源干扰,也可出现 O-SW ERROR 故障。南方地区空气湿度大($RH \geq 95\%$ 时,易导致某些电子器件及光路故障),特别是雨季,仪器光学镜头上有细水珠,往往需除湿后才能开启仪器,否则易出现 O-SW ERROR 等故障。

2 故障现象二

开机初始化时氙灯不亮,自检提示:ENERGY ERROR

检修时应逐项检查,逐项排除:(1)氙灯是否损坏;(2)各接头是否松动,接触是否良