

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2015.01.16

检定原子荧光光度计常见问题分析

童诚¹, 吴银银², 马文¹

(1. 安庆市计量测试所, 安徽 安庆 246001; 2. 安徽中医药高等专科学校, 安徽 芜湖 241002)

摘要: 提出了原子荧光光度计检定过程中可能出现的常见问题。根据经验和仪器的工作原理对问题产生的原因进行了分析, 并针对不同问题给出了具体的解决措施。对实现检定结果的准确可靠具有较好的保证作用。

关键词: 原子荧光光度计; 检定; 常见问题; 分析

中图分类号: TB99

文献标识码: B

文章编号: 1674-5795(2015)01-0059-02

Atomic Fluorescence Spectrophotometer Calibration Common Problems

TONG Cheng¹, WU Yinyin², Ma Wen¹

(1. Anqing Institute of Metrology Measurement, Anqing 246001, China;

2. Anhui College of Traditional Chinese Medicine, Wuhu 241002, China)

Abstract: This paper presents the common problems of possible atomic fluorescence spectrophotometer verification process. According to the working principle of the instrument and the experience, causes of the problems were analyzed, and specific solutions were proposed for different problems. It can guarantee accurate and reliable verification results.

Key words: atomic fluorescence spectrophotometer; calibration; common problem; analysis

0 引言

近年来, 化学计量学得到了飞速发展, 化学计量中的关键——化学计量仪器以及痕量检测方法得到了广泛的运用。原子荧光光度计由于有较低的检出限、灵敏度高、干扰较少、谱线比较简单^[1]、分析校准曲线线性范围宽、能实现多元素同时测定等优点在化学计量领域占据了重要的一席之地。为保证原子荧光光度计检定工作的顺利进行, 本文对检定过程中可能出现的问题给予了分析并给出了具体的解决方法。

1 原子荧光光度计检定方法

原子荧光光度计是利用原子荧光谱线的波长和强度进行物质的定性与定量分析。

在计量检定工作中, 根据原子荧光光度计工作原理, 依照 JJG 939-2009《原子荧光光度计检定规程》要求, 通过配置标准溶液, 在仪器稳定的工作条件下, 对仪器的外观、稳定性、检出限、测量重复性、测量

线性、通道间干扰进行检定。

在检定过程中, 检定人员首先确定仪器的使用状态, 然后配置还原剂和标准溶液, 待溶液稳定后, 对原子荧光光度计进行检定。利用新配置的还原剂将标准溶液中的待分析元素还原为挥发性气态氢化物, 然后借助载气将气态氢化物导入原子化器, 在原子化过程形成基态原子; 基态原子吸收光源的能量后在去活化过程中将吸收的能量以荧光的形式释放出来^[2]; 根据荧光信号的强弱与待测元素含量的线性关系, 通过对标准溶液中待测元素的测量, 从而确定检定的相关项目是否符合规程要求。

2 检定中常见问题及解决办法

在依据 JJG 939-2009《原子荧光光度计检定规程》对仪器进行检定的过程中, 会经常遇到以下几种问题:

2.1 在进行检出限检定过程中, 仪器不出峰

据多次实验分析, 得出了导致这种情况出现的几点原因:

1) 点火后火焰熄灭, 导致原子化过程无法进行, 所以产生不了原子荧光。

2) 水封缺水。水封有两个作用: 一个是防止产生的氢化物泄露; 另一个是把氢化物中的水汽在水封那

收稿日期: 2014-10-11; 修回日期: 2014-11-25

作者简介: 童诚(1990-), 男, 安徽滁州人, 助理工程师, 主要从事计量方面的工作和研究; 吴银银(1988-), 女, 安徽芜湖人, 硕士, 研究方向为仪器分析。

个位置冷却变成的水排出去,保证水封气液分离的效果。如果水封缺水,使得上述两个作用无法实现,导致产生的荧光检测不到。

3)蠕动泵进样管连接不对,导致样品或还原剂未进入反应系统,从而无法产生原子荧光,导致仪器不出峰。

4)还原剂浓度过低。还原剂浓度太低会导致气态氢化物产生过少,达不到仪器的检测限,导致仪器不出峰。

在具体实验时可以通过检查仪器是否有火焰,重新点火,保证原子化过程正常进行;对水封进行加水,保证气态氢化物不泄露,并排出过多的水;检查蠕动泵进样管是否处于正常状态;如果是因为还原剂浓度过低,则需要检查实验要求,重新配置还原剂。

2.2 在进行重复性检定过程中发现实验的重复性差

有两种情况,第一种是测量空白标准时,多次测量示值波动性大,达不到稳定性要求。可能的原因是仪器还未达到就绪状态;灯预热时间短、仪器条件设置不合理、电压值和电流值设置和仪器性能不协调的情况出现,说明仪器未达到稳定的使用状态。可以通过增加灯的预热时间,通过和操作人员配合,了解仪器的性能,设置最佳的电压值和电流值来解决问题。

第二种是对同一标准溶液进行测量时,示值不稳定,波动大,超过规程的要求,重复性差。

第二种情况可能是因为配置的系列标准溶液没有达到均匀、稳定的状态,可以将配置好的标准溶液放置1~3 h,使得溶液稳定,达到检测溶液的要求;还可能是因为配置标准溶液所使用的实验仪器没有做好配置前处理工作^[3],如未进行无铅处理或者未用酸浸泡足够的时间,这种情况可以使用处理好的实验仪器,将标准溶液重新配置,充分放置后,再对标准溶液进行测定^[4]。

2.3 标准工作曲线线性不好或相关系数 $r < 0.997$,达不到规程要求^[5]

1)标准曲线线性较好,但偏离零点过远,导致相关系数达不到要求。根据标准曲线计算公式,荧光值是扣除空白之后进行计算的。标准空白配置错误,使得各荧光值距真实值有一定的偏差,在进行数据拟合处理时,导致相关系数偏离。这种情况,需要根据具

体检测要求,重新配置标准空白进行检测。

2)重复性达到要求的前提下,标准曲线的几个点散乱、不规则。出现这种情况说明仪器稳定性没有问题。根据图谱,很容易判定是配置标准溶液过程中出现错误操作或者使用的玻璃器皿受到污染。这种情况需要正确地进行实验操作,使用处理妥当的玻璃器皿重新配置标准溶液^[6]。

3)载流、载气流速的不合理。载流和载气流速不稳定,过快或者过慢,会导致产生的原子荧光强度发生变化,根据原子荧光光度计原理,直接影响到待测元素含量的线性关系,从而造成标准曲线线性不好。这种情况则需要更换载流,重新设置载气流量和流速(标准曲线向上弯曲,一般是载气过大;向下弯曲一般是载气过小)。

3 结束语

本文介绍了原子荧光光度计的检定方法,并对其检定过程中出现的常见问题进行了分析,在实验的基础上,针对不同问题给出了对应的处理方法。由于原子荧光光度计检出限低、灵敏度高,对标准溶液要求高,使得其在工作过程中受许多因素影响。因此,在对原子荧光光度计进行检定的过程中,计量检定人员要熟练掌握仪器的工作原理和检定步骤,同时需要检定人员和操作人员密切配合,充分了解仪器的工作条件,以此保证检定结果,提高检定效率。

参 考 文 献

- [1] 邓勃,迟锡增,刘明钟,等.应用原子吸收与原子荧光光谱分析[M].北京:化学工业出版社,2003.
- [2] 李艳侠,江萍.双道原子荧光光度计同时测定食品中砷和铅的方法研究[J].中国计量,2009,10(10):80-81.
- [3] 高永宏,祝建国,毛振才.非色散原子荧光光度计计量检定规程中相关问题的探讨[J].分析测试技术与仪器,2012(6):121-123.
- [4] 贾会,孙晓萍,张书伟,等.原子荧光光度计检定中常见问题的解决办法[J].计量技术,2008(12):12-13.
- [5] 薛光荣.火焰原子吸收光谱测定浸渍液中钾钙铜铁[J].中国测试技术,2006,32(1):26-28.
- [6] 严方,高文苗,罗文平,等.原子吸收法测定催化剂中的镧含量[J].中国测试,2009,35(1):81-83.