

## 1. 关于仪器环境:

- a. 要用 Windows2000 并注意升级, 经常更新杀毒软件, 保持计算机不被病毒感染。
- b. 所用乙炔要尽量纯, 以点火前后数据无变化为好, 因为各地乙炔厂家气体纯度控制不一致, 所标纯度不一定达到要求, 一般要求达到 98% 以上。乙炔瓶内压力低于 0.5Mpa 就要更换, 否则乙炔内溶解物会流出并进入管道, 造成仪器内乙炔气路堵塞, 不能点火, 仪器会提示燃气压力低, 而此时乙炔钢瓶出口压力是正常的。此故障已出现多次, 故再次提醒。
- c. 关于空气, 要用经过除油除水后的空气, 空压机产气量要达到 24 升/分钟以上, 要注意空压机排水及油水分离器的排油排水, 空压机的减压阀出口压力为 0.35Mpa。注意观察空压机润滑油的液面高度在两红线之间, 太低要更换空压机油, 东芝空压机用的是粘度 68 的空压机油。
- d. 关于 Ar 气, 纯度 99% 以上即可, 主要是为了保护石墨管和元素不被氧化。
- e. 如使用  $N_2O$  气, 注意要用带加温功能的减压阀, 因为笑气钢瓶内笑气是以液态储存的, 使用时变为气态, 温度很低, 会影响雾化室温度, 甚至造成雾化室结冰, 灵敏度降低。
- f. 使用石墨炉时, 石墨炉电源要与主机电源不同相, 要求 220V 30A 以上的供电, 最好不要用插座, 要使用 30A 以上的开关, 并把接线头压紧, 防止接触不良。如果石墨炉与主机同相, 石墨炉加高温时, 瞬间电流很大, 如果供电容量不足, 会造成电压下降, 主机供电不足, 数据不稳。甚至损坏主机。
- g. 接地。因为主机、石墨炉、ASC、计算机打印机要互相连接, 由于电源插头等原因, 可能造成机壳带电, 损坏仪器, 故一定要把仪器的地线端子用同一根地线相连, 并与本楼的单独地线相连。
- h. 如要做有机溶剂溶解的样品, 且雾化室下的废液管是透明的, 请更换有机溶剂专用废液管, 否则, 原废液管会破裂, 有机溶剂漏到仪器内部, 发生危险。(有机溶剂废液管零件号: 016-37619-01 Tube, SE-200 3/8-9/16), 如废液管是较硬的白色塑料管, 就不需要更换了。
- i. 如果乙炔钢瓶与仪器距离很长 (大于 5 米以上), 管路内径要在 8mm 以上, 否则会因为流量不足, 造成仪器乙炔入口压力不足, 使仪器不能点火或点燃后很快熄灭, 仪器提示燃气或助燃气压力低的警告。如果管路长, 乙炔瓶调压阀出口压力要适当调高一些, 但不要大于 0.13 MPa。
- j. AA-6800 点火前, 要检查仪器乙炔和空气的二次压力, 在打开排风的情况下, 按仪器右侧的 PURGE 键, 乙炔和空气二次压力应为 0.05 和 0.25Mpa, 即指针指向 12 点位置, 否则, 应调整仪器右侧对应的调压阀。停止按 PURGE 键, 空气压力表指针会回到 0。如果按 PURGE 键时, 乙炔表指针压力下降, 则说明乙炔气路已有堵塞, 已造成流量不足。

## 2. 火焰部分的维护及测量注意事项

- a. 火焰法测量时, 首先要知道大概的灵敏度, 可从岛津提供的 COOKBOOK 电子文件中查看大概的标准曲线的数据, 从中知道线性范围及可测的样品浓度范围, 一般结果会比给出的灵敏度低一些, 如出现不正常数据, 才能据此分析原因, 不能盲目的测样品。因仪器的状态不同, 调整的各种状态 (如燃烧头位置、燃气及助燃气流量配比、雾化器的情况) 不同, 可能造成仪器测某元素与 COOKBOOK 中的数据有较大偏差, 这时就要分析原因并调整, 使仪器的测量结果误差最小。
- b. 处理样品后要无颗粒物, 否则很容易把雾化器进样毛细管堵塞。如有颗粒, 要过滤样品。毛细管堵塞后, 样品灵敏度会下降很大, 一般此时要取下雾化器, 用专用的钢丝 (仪器自带) 疏通, 疏通时注意不要把撞击球捅掉, 尽量不要拔出雾化器的毛细管部分。
- c. 如要使用笑气乙炔火焰, 要根据元素不同, 调整笑气流量, 使火焰温度达到合适温度, 以达到最佳灵敏度。要注意笑气钢瓶内压力, 及时更换钢瓶。

- d. 火焰法测量常出现的问题有：点不着火。原因一般是乙炔或空气压力低，或乙炔钢瓶换的太晚，造成钢瓶内溶解物进入管路，造成乙炔气路堵塞。乙炔气路一般可能有两个地方堵塞，一是乙炔进入仪器处；一是仪器内乙炔二次调压阀处，如处理不当造成漏气会发生危险，一般要由专业人员处理并检漏后才能使用。空气压缩机要注意排水及注意检查润滑油液面，夏天最好每天排水，不同型号的空压机排水口位置不同，数量也不同，请注意。
- e. 火焰法的灵敏度与雾化器的雾化效率有很大关系，一般可用 Cu 元素检查，可根据新仪器安装时的数据或仪器指标检查，如相差较大，要考虑雾化器问题，在疏通雾化器毛细管后如无大的改善，要检查雾化效率，检查方法：对雾化器与撞击球为一体的雾化器；在关掉乙炔气的情况下，保证空气压力，把雾化器卸出，进样管插入纯水中，由一人按排气键，一人手持雾化器喷纯净水，排出的雾要尽量浓，且均匀稳定，如雾稀少，要调节雾化器喷嘴与撞击球间的距离，微小的调整会有很明显的效果，调整时不要把雾及水滴喷入仪器内，要遮挡一下，撞击球装在支架上，支架的前后移动会使撞击球前后移动，支架要随其相接触的塑料螺丝移动，螺丝可调节。调好后，小心安装雾化器，压紧雾化器后，打开乙炔，检查 Cu 的灵敏度，是否达到仪器指标。此种方法是针对撞击球与雾化器为一体的雾化器的调整。对撞击球为固定式的调整，可考虑对雾化器的压紧螺丝的松紧进行微调，查看灵敏度的变化，如喷雾毛细管对撞击球不正，雾化效率也不会高，有时对雾化器轻微转动也会改善灵敏度。
- f. 要注意检查点火口 Pilot 的电极（电子点火器的电极）上的积炭，如有积炭要刮掉，如果积炭太多，有可能造成两电极短路，建议每月检查处理一次。乙炔不纯时，此处容易产生积炭。

### 3. 石墨炉部分

- a. 石墨炉是用于分析 PPb 级浓度的样品，因此，不能盲目进样，浓度太高会造成石墨管被污染，可能多次高温清烧也烧不干净，造成石墨管报废。一般的测量过程要先检查水的干净程度，纯水的吸光度一般要在 0.00X 以内为好，建议起码要在 0.01X 以内，然后加酸做成空白，再进样，检查酸的纯度，同样，吸光度不能太大，建议要控制在 0.0X 以内，否则会影响灵敏度及线性。空白没问题后再配制标准系列，同样，要注意标准样的吸光度，最高浓度标准样吸光度建议要在 0.8ABS 以下为好，否则可能线性不良或造成石墨管污染，造成测量误差大。石墨炉法测量，对大气环境及样品瓶样品杯容量瓶等的接触样品的容器的干净程度要求很高，大气环境要干净无灰尘，否则很可能测不到准确值。
- b. 石墨管的寿命：

一般的样品可用几百次以上，如样品中有强氧化剂或含氧酸可能影响石墨管寿命，一般来说，同一样品重现性明显变差，排除其它原因仍不能改善，或已被严重污染不能烧干净的时候，要考虑换石墨管。如石墨管寿命明显变短，可考虑如下原因：

  - 1. 氩气纯度及流量。纯度要 99% 以上。流量要检查石墨炉内外两气路，外气路指石墨管外保护气，流量要在 1.2-1.5 升/分钟。如果偏小，石墨管外表面会损失较快，内气路受软件控制，如果有堵塞，石墨管内壁会损失较快。清洗石墨架和石墨帽后，要检查其上的通气小孔，不要堵塞。
  - 2. 石墨炉温度。长时间使用石墨炉后，如不能经常按要求保养，造成石墨管温度过高会使石墨管损失过快，此时，要检查石墨帽上的孔内是否要清理，温度传感器的滤光片表面是否清洁，传感器位置是否偏，如偏移，要用专用工具调整。
- c. 石墨炉常见故障：
  - 1. 水压不足。原因是现在的石墨炉监测水压使用的其实是监测流速，如果水压低，

则达不到流速，水压过高(超过 0.15Mpa)会造成管路泄漏，或造成监测流速的叶轮停转。如果使用自来水，除保证水压在合理范围外，还要注意水质，是否有泥沙或铁锈，水质硬度大，长期使用会造成冷却块内堵塞，造成流量下降及冷却速度下降。铁锈及泥沙会使叶轮停转，显示水压低。另外，水温要高于 10℃。对于 GFA-EX7 以前的石墨炉，监测水压的是水压开关，长时间使用后水中的杂质等可能堵塞水压开关，造成无论水压大小都不显示水压低，在忘记开水时使用石墨炉，会使石墨炉过热，造成石墨炉损坏或接在石墨炉上的塑料管烧断。请注意检查，检查方法：可设定为低温加热，不打开水时有应水压低的报警，否则使用时要注意打开冷却水开关，还要注意水流的大小。

2. 加热时显示石墨炉电源未打开或有噪声。原因是石墨管与石墨架石墨帽间接触不良使加热电流出现突变所致。请检查石墨炉电路中的所有连接部分，如石墨帽及石墨架是否该更换了，石墨炉右半侧可向右拉开，右半侧是在两根铁轨上滑动，如铁轨脏，要用无水乙醇清理干净，再滴少许润滑油，右半侧要保持推拉轻松，才能保证石墨管接触良好。如果发生过温度过高且冷却循环水流不畅，可能造成冷却水套下的塑料块变形，造成左右石墨帽石墨架不同心，其与石墨管的接触会不良，此时需要专业人员用专用工具调整或更换。

在日常清理石墨帽和石墨架时，要注意石墨炉冷却水套与石墨的接触面，如较脏或表面有氧化层时，要用 1000 目以上的细砂纸把氧化层等打磨掉，保持接触良好。

清理温度传感器的滤光片表面后，再安装时，固定螺丝不要拧太紧，否则会压坏滤光片。

#### 4. 自动进样器常见故障：

- a. 自动进样器臂不能到达石墨管上方。原因可能是进样臂转动时被外力阻挡，导致进样臂的传感器读到的位置偏差太大，自己不能找回原点位置，如果关机后再重新初始化还不能正常，就要用专用调整软件由维修人员调整。
- b. 进样注射器在自检时声音大。原因可能是驱动注射器的马达问题。如果 ASC-6100 的废液管排水不畅(比如废液管太长，出水口在废液中，或废液管弯曲太大造成)，造成 ASC 废液不能及时排除，长时间后废液管与 ASC 的接头处轻微泄漏，可能漏到驱动注射器的马达中，造成马达不能转动。
- c. 进样头位置不容易调整。原因可能是安装时或长时间使用后 ASC 的底盘位置不佳造成。可自己做一下调整，首先，调整石墨炉到最佳位置并记忆，然后把 ASC 的左右前后位置调整螺丝调整到中间位置，这时调整进样头的位置到进样口的正中心，不要用左右前后调整螺丝，要调整 ASC 的底盘的上下位置，ASC 的底盘下有两个或一个可调整的铁支架(腿)在调整好高低的情况下拧紧固定支架的螺丝。一定要支撑在硬的桌子表面，不要支撑在橡胶面上，如不能找到合适的支撑支架，请用合适的硬物支撑到合适的高度，这样，调整螺丝在中间时进样头就差不多到了进样口位置，如不合适，轻微调整螺丝就可到最佳位置。
- d. 重复性不良时，要检查进样头的进样位置，是否进样头在进样后粘有样品，如果粘有样品，请考虑是否进样头位置不佳，请调整，或样品粘度太大造成。如不是以上原因请更换进样头，如不是一次性进样头(黄色)，可考虑用锋利的刀片切掉一点进样头(白色管)，注意不要使进样口被压扁。