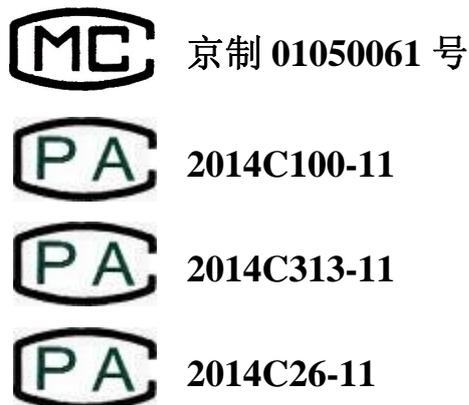




原子荧光光度计 使用说明书 (注射泵系列)

北京海光仪器有限公司

Beijing Haiguang Instrument Co.,Ltd.



版权声明

北京海光仪器有限公司拥有本说明书的版权和随时变更的权利，
未经许可，不得以任何方式复制或抄袭本说明书的内容。

版本号： A₁/A

修订时间： 2015 年 03 月

发布时间： 2015 年 04 月

产品保修责任

保修： 本产品自安装合格之日起，一年内免费维修。消耗品和因事故、自然灾害等客观原因以及不按操作规程使用、非培训人员维修等人为原因对设备造成的损坏均不在保修范围内。

维修： 本公司为该系列产品提供使用期限内的终身维修服务。

告知： 操作人员在使用和维护仪器前，应认真阅读本说明书，严格按照有关规定操作，并做好定期维护。

当设备发生故障时，请您及时联系本公司或指定维修服务中心。

本产品包装材料不回收，建议至少保留 1 个月。

感谢您选购我公司的产品！若在使用中遇到问题，欢迎通过以下途径与我们取得联系：

1. 电话：400-010-2168；010-64359279/64354094（8:30~16:30）；
 2. 传真：010-64363259；
 3. E-mail: co@bjhaiguang.com。
-

前 言

非常感谢您选用北京海光仪器有限公司（以下简称“海光公司”）生产的蒸气发生-非色散原子荧光光度计（以下简称 VG-AFS）系列产品。

海光公司成立于 1988 年，坐落于中关村电子城科技园区，是以原子荧光光度计、原子吸收分光光度计、等离子体发射光谱仪等分析仪器为主要产品，集研发、制造、销售和售后服务为一体的高新技术企业，隶属于中国地质装备集团有限公司北京地质仪器厂，具有近 40 年光谱分析仪器研发、制造历史，是中国知名的光谱分析仪器制造厂商。

海光公司是世界上第一台商用型 VG-AFS 的诞生地。经过多年的锐意进取，海光公司在 VG-AFS 的制造技术上取得了长足的进步，成功地研制出以空心阴极灯脉冲式供电、屏蔽式石英炉原子化器、断续流动装置和高强度编码空心阴极灯为代表的多项新技术，获得数十项国家专利，并参与了原子荧光光谱仪国家标准以及原子荧光光度计国家检定规程的制定。

海光公司遵循“以质量求生存，以技术求发展”的宗旨，始终坚持以高科技为依托的研发路线，严格控制产品质量，在同行业中率先通过了 ISO9001 和 UKAS 双重国际质量体系认证。多年来，公司严格执行各项管理制度，严抓产品质量，重视售后服务，获得了国内外广大用户的普遍好评，在业内素享盛誉。

VG-AFS 分析技术是现代科学技术的一项重要测试手段，现已成为众多实验室的常规分析仪器。为便于广大分析者掌握该项分析技术，我们从实用角度考虑，编写了本说明书，内容包括概述、规格参数、仪器结构、仪器安装与验收、操作指南以及仪器维护等六部分。

本说明书适用于本公司生产的单注射泵 AFS-97 系列（包括 AFS-9750/9700(A)/9730(A)/9760(A)/9780(A)）和双注射泵 AFS-95 系列（包括 AFS-9530/9531/9532/9560/9561/9562）等注射泵系列仪器。希望使用者通过本说明书，能够了解 VG-AFS 光谱分析技术的基础理论知识，熟悉 AFS 注射泵系列仪器的组成结构及工作原理，具备实际操作能力，掌握该分析技术在相关领域中的应用。

本说明书主要用于帮助用户正确使用和维护本公司的 AFS 注射泵系列仪器，保证仪器处于最佳运行状态，并延长仪器寿命，基于科学的态度，请用户在使用仪器前，认真阅读本说明书。

标识与术语解释

标识

使用本仪器前，请仔细阅读仪器使用说明书，特别关注警示标志与注意事项等标识。在使用、维护过程中，应严格按照使用说明书进行操作。仪器内含有高压部件，严禁非专业维修人员在仪器带电时进行各类维修操作。

本说明书与仪器所用的标识见下表：



注意 日常操作时需要关注的事项。



警示 可能对人身造成伤害的事项。



警示 电力警示。



注意 此处操作应严格按照提示进行。
该标志位于灯室盖内侧。

术语解释

| | |
|--------|------------------------|
| VG-AFS | 蒸气发生-非色散原子荧光光度计 |
| AFS | 原子荧光光度计 |
| AS | 自动进样器 |
| IFS | 注射进样系统 |
| PMT | 光电倍增管 |
| RS232 | 标准 RS232 接口（双全工异步通讯接口） |
| PC | 个人计算机 |
| RSD | 相对标准偏差 |
| DL | 检出限 |
| PTFE | 聚四氟乙烯 |
| L*D*H | 长*宽*高 |
| VA | 伏安（功率单位） |

目 录

| | |
|----------------------------|---------------|
| 第一章 概述 | - 1 - |
| 1.1 原子荧光光谱法概述 | - 1 - |
| 1.2 仪器工作原理 | - 3 - |
| 第二章 仪器规格 | - 6 - |
| 2.1 规格与配置 | - 6 - |
| 2.2 性能参数 | - 7 - |
| 第三章 仪器结构 | - 8 - |
| 3.1 主机 | - 8 - |
| 3.2 进样系统 | - 11 - |
| 3.2.1 AS-10/40 自动进样器 | - 11 - |
| 3.2.2 AS-50 自动进样器 | - 12 - |
| 3.3 蒸气发生系统 | - 12 - |
| 3.3.1 蒸气发生装置 | - 13 - |
| 3.3.1.1 注射器 | - 15 - |
| 3.3.1.2 夹管阀 | - 15 - |
| 3.3.1.3 采样管和样品环 | - 16 - |
| 3.3.1.4 反应块 | - 17 - |
| 3.3.1.5 蠕动泵 | - 17 - |
| 3.3.1.6 泵管连接与维护 | - 18 - |
| 3.3.2 蒸气发生反应 | - 20 - |
| 3.4 原子化系统 | - 22 - |
| 3.4.1 原子化器 | - 22 - |
| 3.4.1.1 炉芯和炉丝的更换 | - 24 - |
| 3.4.2 升降机构 | - 24 - |
| 3.5 光源与光学系统 | - 25 - |
| 3.5.1 光源 | - 25 - |
| 3.5.2 光学系统 | - 26 - |
| 3.6 检测与数据处理系统 | - 26 - |
| 3.7 气路系统 | - 27 - |
| 3.7.1 气路装置 | - 27 - |
| 3.7.2 气路保护 | - 28 - |
| 第四章 仪器安装与验收 | - 30 - |

| | | |
|-------|-----------------------|---------------|
| 4.1 | 安装要求 | - 30 - |
| 4.1.1 | 环境温湿度 | - 30 - |
| 4.1.2 | 电力供应 | - 30 - |
| 4.1.3 | 设备摆放 | - 30 - |
| 4.2 | 设备安装 | - 31 - |
| 4.2.1 | 管路连接 | - 31 - |
| 4.2.2 | 电气线路连接 | - 31 - |
| 4.2.3 | 元素灯安装与更换 | - 33 - |
| 4.3 | 仪器验收 | - 34 - |
| | 第五章 仪器操作指南 | - 35 - |
| 5.1 | 仪器测量前准备 | - 35 - |
| 5.1.1 | 安装元素灯 | - 35 - |
| 5.1.2 | 开气 | - 35 - |
| 5.1.3 | 仪器开机 | - 35 - |
| 5.1.4 | 灯位调节 | - 35 - |
| 5.1.5 | 仪器预热 | - 36 - |
| 5.1.6 | 分析条件设置 | - 38 - |
| 5.2 | 仪器工作参数的设置与优化 | - 39 - |
| 5.2.1 | 光电倍增管负高压 | - 39 - |
| 5.2.2 | 灯电流设置 | - 39 - |
| 5.2.3 | 原子化器高度 | - 39 - |
| 5.2.4 | 气流量设置 | - 40 - |
| 5.3 | 样品测量 | - 40 - |
| 5.3.1 | 标准曲线测量 | - 41 - |
| 5.3.2 | 未知样品测量 | - 42 - |
| 5.4 | 数据处理 | - 43 - |
| 5.5 | 清洗 | - 43 - |
| 5.6 | 关机 | - 43 - |
| | 第六章 仪器维护 | - 45 - |
| 6.1 | 日常维护 | - 45 - |
| 6.2 | 操作注意事项 | - 45 - |
| 6.3 | 仪器常见故障排除 | - 46 - |
| | 附录 A 仪器验收溶液的配制 | - 47 - |

第一章 概述

1.1 原子荧光光谱法概述

原子荧光光谱法是 20 世纪 60 年代提出并在近些年快速发展起来的一种成熟可靠的光谱分析方法，它是在原子发射光谱法(AES)和原子吸收光谱法(AAS)的基础上发展起来的一种新的原子光谱分析方法，是原子光谱法中测定痕量和超痕量元素的有效方法之一。

蒸气发生-原子荧光光谱法是原子荧光光谱法中的一个重要分支，也是目前最具有实用价值的原子荧光光谱分析方法和唯一形成商品化的仪器，国内外生产的原子荧光光度计大多采用非色散系统，即蒸气发生-非色散原子荧光光度计（VG-AFS）。

20 世纪 70 年代末，海光公司即开始了原子荧光光谱分析技术的研究工作。到了 80 年代，该技术在我国得到了快速发展。1983 年，在国内分析测试研究人员的大力协助下，世界首台商用型原子荧光光度计 XDY-1 在我公司成功推出，该仪器很好地满足了地质普查的需要。目前，对于 VG-AFS，无论在仪器的研发、分析方法的研究及应用等方面，我国均处于国际领先水平。该法能够检测砷、汞、铋、硒、铅等 12 种元素，是一种性能优良的痕量和超痕量元素分析方法，现已广泛应用于环境监测、食品卫生、药品检验、城市给排水、材料科学、地质、冶金、化工和农业等多个领域，且已建立了 90 多项相关国家标准、行业标准和地方标准。我国诸多相关机构更是以我公司生产的 AFS 系列产品为基础，制定了食品卫生、饮用水、矿泉水中重金属检测的多项国家标准和行业标准，该法也被国家相关部门正式确定为环境监测的推荐标准方法。应该说 VG-AFS 是为数不多的具有中国自主知识产权的分析仪器，在国内已基本得到普及，成为众多实验室的常规分析仪器之一。

原子荧光光谱法之所以迅速在很多领域得以广泛应用，同国民经济与科学技术的发展需求有关，但更重要的应归结于该法本身所具有的独特技术优势，大致可归纳如下：

(1) 灵敏度高

原子荧光的发射强度与激发光源的强度成正比，且从偏离入射光的方向进行检测，即几乎在无背景下检测荧光强度。另外，非色散荧光光度计采用单透镜、短焦距光学系统，光能量损失少，且可同时测量待测元素多条荧光谱线，因此可获得很高的分析灵敏度和很低的检出限。

(2) 选择性好

原子荧光光谱同原子吸收光谱一样，也是元素的固有特征，这是其选择性好根本原因。

(3) 精密度好

在 VG-AFS 分析法中，“低温原子化”分析技术及峰面积测量方式的运用可使测量精密度达到 1% 以下。

(4) 干扰少

原子荧光谱线比较简单，一般无光谱重叠干扰，此外，蒸气发生技术的特点使待测元素与绝大多数基体分离，可消除大量基体引起的干扰。

(5) 仪器结构简单

非色散原子荧光光度计不需分光，无单色器分光机构，仪器结构比较简单，体积小，成本低，便于推广应用。

(6) 分析曲线的线性范围宽

采用空心阴极灯或高性能空心阴极灯作为激发光源，分析曲线不但线性好，且线性范围可达 3 个数量级。

随着计算机技术的快速发展，高度自动化、方便强大的数据处理能力以及故障的快速诊断排除等无疑成为高科技 VG-AFS 产品的发展方向。为此，我公司在秉承数十年 AFS 系列产品优势的基础上，严抓质量管理，加大研制力度，追求技术进步，力求推出技

术更加先进、品质更加优良的产品，以满足各行业对 AFS 的更高需求。

1.2 仪器工作原理

原子荧光是指反应后蒸气相中的基态自由原子受到具有特征波长的光源辐射后，其中一些自由原子的外层电子吸收能量，跃迁至较高能态，处于高能态的电子很不稳定，在极短的时间（约 10^{-8} s）内即会自发返回到较低能态（通常是基态）或临近基态的另一能态，同时将吸收的能量以辐射的形式释放出去，发射出具有特征波长的原子荧光谱线。每个元素都有其特定的原子荧光光谱，在一定条件下，原子荧光谱线强度与待测元素含量成线性关系，这就是原子荧光光谱法的理论依据。

VG-AFS 有效利用了某些特定元素在酸性条件下能与还原剂（ KBH_4 或 NaBH_4 ）发生化学反应，生成气态物质的蒸气发生技术，例如 As、Sb、Bi、Se、Te、Pb、Sn、Ge 元素可被还原为气态共价氢化物，Hg 为蒸气态原子，Zn 和 Cd 则为挥发性化合物，借助载气（Ar）将这些气态混合物导入原子荧光光谱仪的低温石英炉原子化器，在氩氢火焰（指氩气氛围中的氢氧火焰）中进行原子化，由氩氢火焰将气态组分解离成待测元素的基态原子，基态原子受激发光源特征光谱照射后，受激发至高能态而后去激发回到基态时辐射出原子荧光（可以与吸收时的波长相同也可不同）。这些不同波长的原子荧光谱线，通过光电倍增管将光信号转换为电信号，从而检测出试样中待测元素的含量。

VG-AFS 集中了蒸气发生和非色散原子荧光光度计两者在分析技术上的优点：①在蒸气发生过程中分析元素与基体分离并得到富集，一般不受原试样中存在的基体干扰；②由于是气体进样，因此原子化效率很高；③氩氢火焰本身具有很高的荧光效率和较低的背景辐射，且待测元素的荧光谱线均位于紫外波段，而非色散原子荧光光度计的检测器对紫外波段（160nm~320nm）范围内最为灵敏。

这些因素的结合使 VG-AFS 具有很高的信噪比和灵敏度。

激发系统采用专用特定波长激发光源，在照射含有一定浓度待测元素的原子蒸气时，产生原子荧光光谱，通过测定原子荧光的强度即可求得样品中待测元素的含量。因此，原子荧光的发射强度与样品中待测元素的浓度、激发光源的发光强度以及其它参数之间存在着一定的函数关系。

$$I_f = \Phi I_0 (1 - e^{-K_\lambda LN}) \quad (2-1)$$

式中：

I_f — 原子荧光强度；

Φ — 原子荧光量子效率；

I_0 — 光源辐射强度；

K_λ — 在一定波长时的峰值吸收系数；

L — 吸收光程；

N — 单位长度内基态原子数。

对于给定的元素来说，当光源的波长和强度固定，吸收光程固定，原子化条件一定，在元素浓度较低时，荧光强度与荧光物质的质量浓度 ρ 有如下简单的关系（ α 为常数）：

$$I_f = \alpha \rho \quad (2-2)$$

式（2-2）即为原子荧光定量分析的基本关系式。式中 α 为常数，即原子荧光辐射强度与样品中待测元素含量在较低的浓度范围内存在线性关系，原子荧光光谱法是一种痕量元素分析方法。

VG-AFS 的结构示意图如图 1.1 所示（以两灯位为例）：

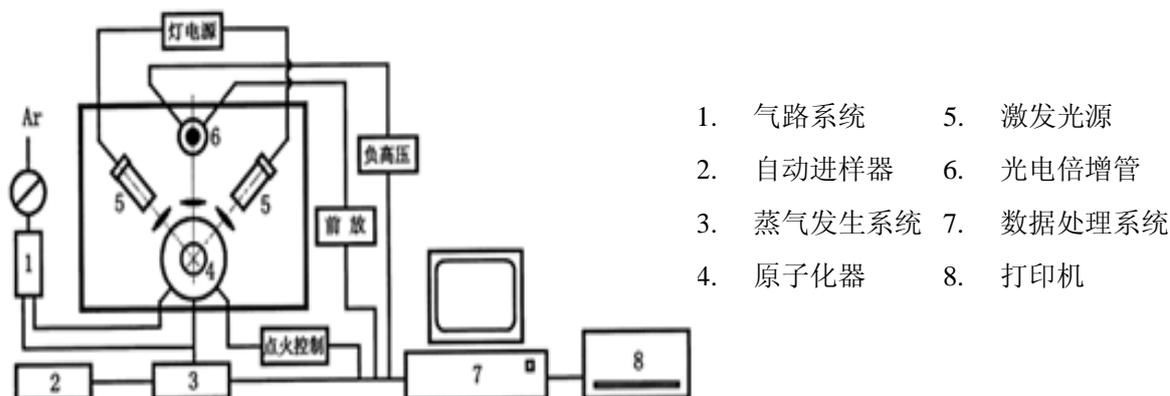
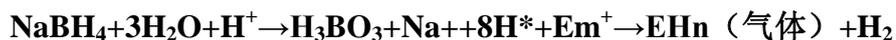


图 1.1 VG-AFS 结构示意图

首先，酸化过的样品溶液中的砷、汞、铊、硒、铅等元素与还原剂（一般为硼氢化钾或硼氢化钠）反应，在蒸气发生系统中生成氢化物或原子蒸气：



式中 Em^+ 代表待测元素， EHn 为氢化物或原子蒸气（ m 可以等于或不等于 n ）。

使用适当催化剂，在上述反应中还可以得到了镉和锌的气态组分。反应生成的气态组分与载气混合，进入原子化器，在特制点火装置的作用下形成火焰，使待测元素原子化。

待测元素的激发光源（一般为空心阴极灯）发射的特征谱线通过聚焦，激发氩氢火焰中的待测元素原子，得到的荧光信号被检测器接收，再经电路放大，计算机数据处理得到测量结果。

第二章 仪器规格

AFS 注射泵系列产品执行的标准有原子荧光光度计国家检定规程(JJG939-2009)、原子荧光光谱仪国家标准(GB/T21191-2007)和北京海光仪器有限公司企业标准(Q/CYHGY0004-2013)。

本系列产品使用的关键部件包括高强度编码空心阴极灯、光电倍增管和印刷电路板等。

2.1 规格与配置

| | | |
|-------------------------|------------------------|-----------------------|
| 光源 | 种类 | 高强度空心阴极灯 |
| | 通道数 | 双道 |
| | 点灯方式 | 脉冲点灯 |
| 原子化器 | 种类 | 低温屏蔽式石英炉 |
| | 炉丝电压 | 约 20V |
| 检测器 | 种类 | 光电倍增管 |
| | 波长范围 | (160~320) nm |
| 数据处理 | 操作系统 | Win2000/Win XP/ Win7 |
| 电源要求 | 主机/其他 | (220±22) V, (50±1) Hz |
| 自动进样器 规格 L*D*H/mm | AS-10, 130 位, 并口, 三维式 | 430×500×390, 约 15kg |
| | AS-40, 130 位, 串口, 滑轨式 | 480×360×420, 约 15kg |
| | AS-50, 180 位, 串口, 极坐标式 | 450×400×480, 约 17kg |

仪器配置

| 仪器型号 | 灯位数 | 蒸气发生装置 | 进样器 | 还原剂引入 | 主机规格 L*D*H/mm |
|-----------------------|-----|--------|----------|-------|---------------------|
| AFS-9750 | 两灯位 | 一体 | AS-40/50 | 蠕动泵 | 600×460×620, 约 50kg |
| AFS-9700 (A) | 两灯位 | 分立 | AS-10 | 蠕动泵 | 740×440×530, 约 50kg |
| AFS-9730 (A) | 两灯位 | 分立 | AS-10 | 蠕动泵 | 500×370×620, 约 30kg |
| AFS-9760 (A)/9780 (A) | 四灯位 | 分立 | AS-10 | 蠕动泵 | 740×440×530, 约 50kg |
| AFS-9530/9531/9532 | 两灯位 | 一体 | AS-40/50 | 注射泵 | 850×440×580, 约 58kg |
| AFS-9560/9561/9562 | 四灯位 | 一体 | AS-40/50 | 注射泵 | 850×440×580, 约 58kg |

2.2 性能参数

| 代表元素 指标 | 砷 (As) | 汞 (Hg) |
|--------------|--------------|--------------|
| 检出限/ (ng/mL) | ≤ 0.02 | ≤ 0.002 |
| 重复性/% | ≤ 0.8 | |
| 线性相关系数 (r) | ≥ 0.998 | |
| 线性范围 | 三个数量级 | |

第三章 仪器结构

AFS 注射泵系列原子荧光光度计主要由主机、进样系统、蒸气发生系统、原子化系统、光源与光学系统、检测与数据处理系统等部分组成。



图 3.1 AFS 注射泵系列仪器代表型号

3.1 主机

AFS 注射泵系列原子荧光光度计主机中，除 AFS-9750/95 系列的主机和蒸气发生系统为一体化设计外，其它型号仪器主机均为独立结构，单独放置，只有外观有所区别。主机主要包括烟囱、原子化器、电子箱、气路等部分，图 3.2、图 3.3 为所有型号仪器主机前视图。

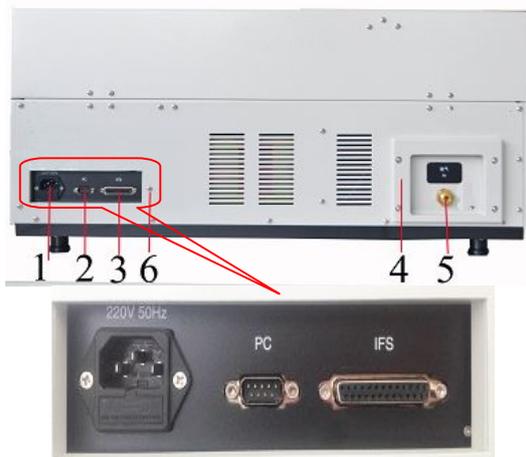


图 3.2 代表型号 AFS-9700 (A) 主机前视图



图 3.3 其它型号仪器主机前视图

AFS 注射泵系列原子荧光光度计主机后面板结构基本相同，以 AFS-9700 (A) 为代表型号进行介绍，详见图 3.4。图 3.5 为 AFS-9750 和 AFS-95 系列主机后视图。



1. 电源接口
2. 连接计算机的 RS232 电缆接口 (PC)
(同 AFS-9730 (A) COM1)
3. 连接蒸气发生装置的电缆接口 (IFS)
(同 AFS-9730 (A) COM2)
4. 气路系统
5. 气路快插入口
6. 电子箱固定螺钉

图 3.4 代表型号 AFS-9700 (A) 主机后视图



图 3.5 AFS-9750（左）和 AFS-95 系列（右）主机后视图
（其中接口 7 和 8 用于扩展连接形态分析仪）

1. 烟囱

烟囱内胆的独特设计，是为了防止外界杂散光对空心阴极灯光源产生影响，测量时务必确保仪器上带有烟囱，且附带有内胆。

烟囱安装与取下：轻轻左右转动烟囱，待烟囱上的凹槽同仪器上的固定销吻合后，即可安装或取下。

2. 原子化器

原子化器是提供原子化的装置，待测元素的气态化合物在氩氢火焰中进行原子化形成基态原子，原子化所需的能量由还原反应产生的氢气燃烧提供，原子化温度在 800℃左右（基于氢气浓度）。在实际测量中，需要对原子化器高度进行调整，目的是使空心阴极灯的辐射光照射在基态原子密度最大的区域，从而得到较强的稳定信号。

有关原子化器方面的进一步描述详见 3.4 部分。

3. 电子箱

AFS-9700（A）、9780（A）的电子箱在主机右后侧，松开固定螺钉（图 3.4 位置 6），可从前面整体拉出；AFS-9730（A）、9760（A）的电子箱在主机后侧中部，松开固定螺钉，可从后面整体拉出；AFS-9750/95 系列的电路控制部分在主机右侧，取下右侧面板即可看到。箱体内有两种电路板，较小的是灯电源（四灯位有两块灯电源板），另一种为主控制板。



警示

为了您的人身安全，禁止非专业人员在通电状态下打开仪器电子线路室，尤其不得接触任何高压部件。

3.2 进样系统

AFS 注射泵系列原子荧光光度计的进样系统中，AFS-97 系列既可采用全自动进样方式，即配有自动进样器，同时也支持半自动进样方式，即手动控制采样管，而 AFS-95 系列只可采用全自动进样方式。

自动进样器的作用是自动将采样针移动到指定的试剂位置（样品位或载流），样品溶液的汲取是靠注射泵来实现的。

常用自动进样器有 AS-10、AS-40 和 AS-50 三种。AS-40 和 AS-50 均采用串口控制方式，目前只有 AFS-9750 和 AFS-95 系列产品可配用这两种型号的自动进样器。

三种自动进样器都专门设置了两个 50mL 试管位，可用于放置盛有空白溶液和重复性测量溶液的试管。

盛放样品和标准系列溶液的容器均为 10mL 标准试管。

3.2.1 AS-10/40 自动进样器

AS-10 和 AS-40 是 130 位 X、Y、Z 三维自动进样器，都是由 130 位样品管架、采样臂和采样针等部分组成，两者在结构上基本相同，但传动方式不同，AS-10 采用丝杠方式，而 AS-40 采用线性滑轨方式。

这两种型号自动进样器的采样臂可以自由做 X、Y、Z 三维运动。当其在水平面上运动时，带动采样针到达指定的样品管位置。当其上下运动时，完成采样针吸取溶液的动作，如图 3.6 所示。



图 3.6 AS-10 和 AS-40 自动进样器

3.2.2 AS-50 自动进样器

AS-50 是 180 位极坐标式自动进样器，其载流槽采用了流动式设计，带有采样针清洗位，详见图 3.7。

AS-50 载流槽工作原理：将载流倒入载流槽，直到废液排出口有少量载流溢出，此时，载流槽、采样针清洗槽、废液储存槽均充满载流。测量时，采样针每次吸取完样品后，先到清洗位进行清洗，再到载流槽吸取载流，以减少样品与载流的交叉污染。

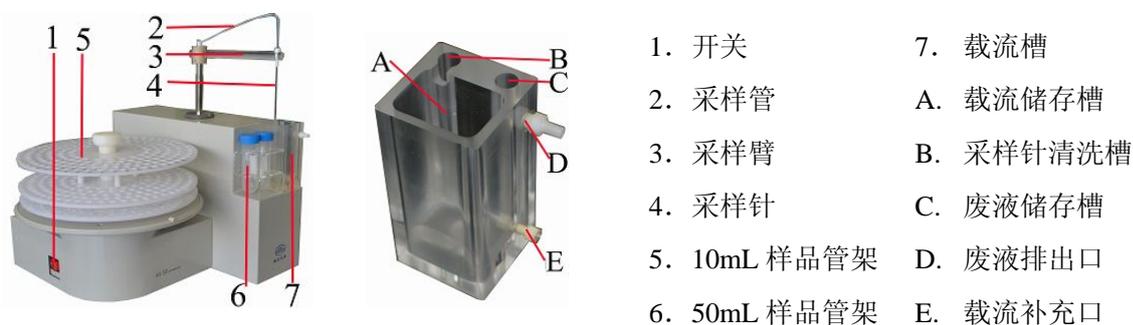


图 3.7 AS-50 自动进样器

3.3 蒸气发生系统

AFS 注射泵系列原子荧光光度计蒸气发生系统均采用注射泵与蠕动泵联用技术，综合利用了蠕动泵和注射泵的优点。

AFS-97 系列和 AFS-95 系列的主要区别在于 AFS-97 系列由蠕动泵引入还原剂，而 AFS-95 系列则由注射泵引入。

3.3.1 蒸气发生装置

AFS 注射泵系列仪器的蒸气发生装置主要包括注射器、夹管阀、采样管、反应块、蠕动泵及反应管路等部分。

AFS-9750 和 AFS-95 系列的蒸气发生装置与主机一体化设计，其他型号仪器的蒸气发生装置单独放置。各型号仪器的蒸气发生装置在系统部件、连接方式及摆放位置方面有所区别，但功能相同，详见图 3.8、3.9、3.10、3.11 和 3.12。

根据仪器主机型号不同，配备的蒸气发生装置和一级气液分离器在外观上有所不同。



图 3.8 AFS-9750 蒸气发生装置



图 3.9 AFS-95 系列蒸气发生装置

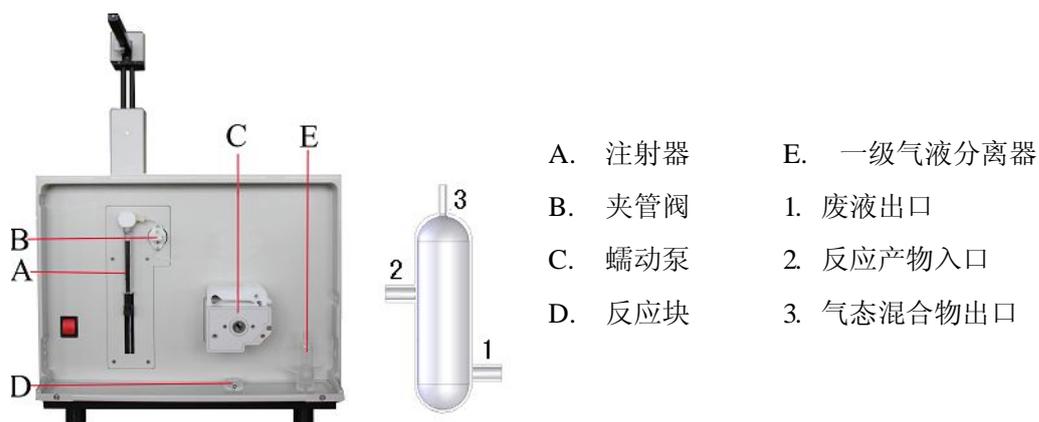


图 3.10 其他型号蒸气发生装置与一级气液分离器

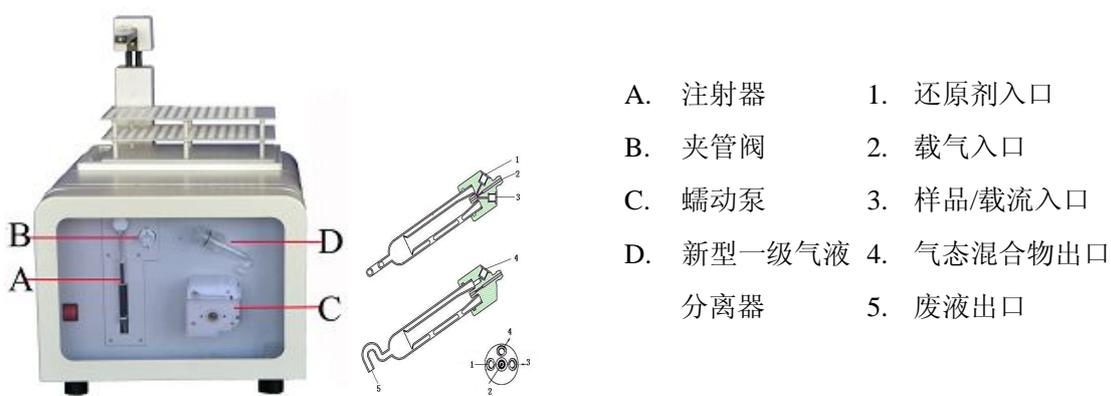


图 3.11 其他型号蒸气发生装置与一级气液分离器



图 3.12 其他型号蒸气发生装置后视图

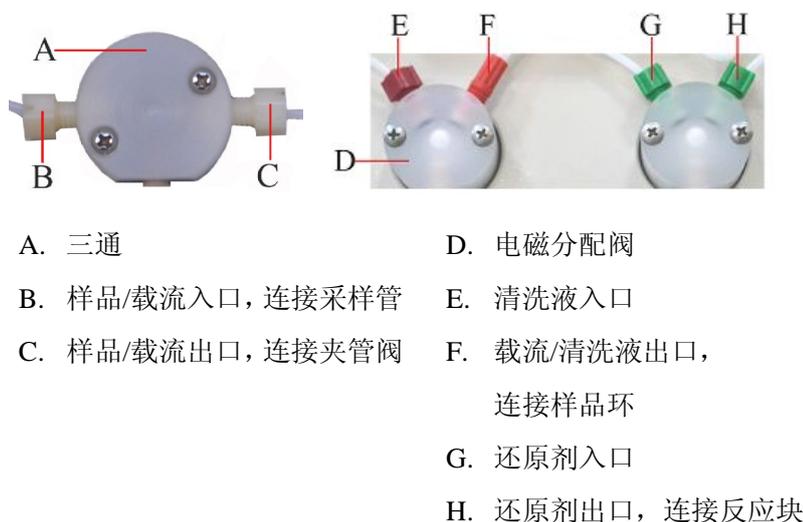
3.3.1.1 注射器

AFS 注射泵系列仪器配用的注射器有两种类型，AFS-9700（A）/9730（A）/9760（A）/9780（A）配用的是注射器 a（规格：容量 2.5mL，行程 6cm）；AFS-9750 和 AFS-95 系列配用的是注射器 b（规格：容量 5mL，行程 3cm），见图 3.13。



图 3.13 注射器 a（左）和注射器 b（右）

注射器 a 上装配的是三通，不同型号仪器的三通在材质和结构上略有区别，注射器 b 上装配的是电磁分配阀，可以控制流路的流向，见图 3.14。



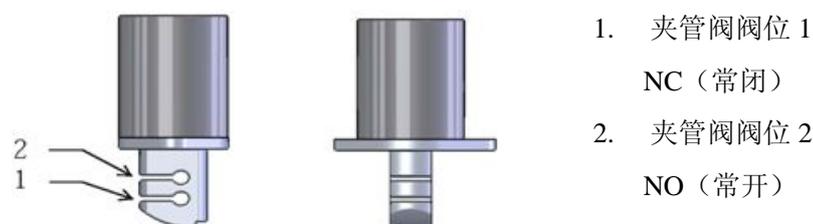
- | | |
|------------------|-----------------------|
| A. 三通 | D. 电磁分配阀 |
| B. 样品/载流入口，连接采样管 | E. 清洗液入口 |
| C. 样品/载流出口，连接夹管阀 | F. 载流/清洗液出口， 连接样品环 |
| | G. 还原剂入口 |
| | H. 还原剂出口，连接反应块 |

图 3.14 三通（左）和电磁分配阀（右）及接口

3.3.1.2 夹管阀

AFS 注射泵系列仪器的夹管阀为两位通断阀，分为内外两位，内位即阀位 2，处于常开状态，外位即阀位 1 为常闭状态，见图 3.15。

弹性管路被阀体压紧即为关闭，松开即为打开。夹管阀工作时，一位闭合，另一位随即开启。夹管阀配合注射泵完成吸取样品或载流进入样品环以及推出样品或载流进入反应块的动作。在不做样的时候，将阀位 1 处的软管取出，有利于延缓软管老化。



1. 夹管阀阀位 1
NC（常闭）
2. 夹管阀阀位 2
NO（常开）

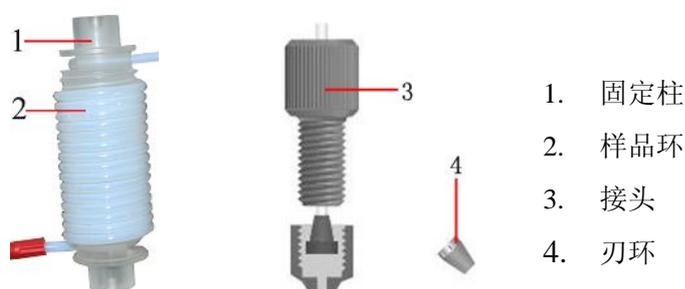
图 3.15 夹管阀

3.3.1.3 采样管和样品环

AFS 注射泵系列仪器中，采集的样品溶液除 AFS-95 系列储存在样品环中外，其他型号仪器样品溶液均储存在采样管中。

AFS-97 系列仪器的采样管是内径为 1.3mm 的毛细管，该毛细管一端连接采样针，一端连接注射器上三通；AFS-95 系列仪器的采样管是内径为 0.8mm 的毛细管，该毛细管一端连接采样针，一端连接夹管阀上软管。

AFS-95 系列仪器的样品环是由内径为 1.5mm 的毛细管缠绕在固定柱上组成的，样品环一端连接三通，一端连接注射器 A(图 3.9) 上分配阀。样品环如图 3.16 所示。



1. 固定柱
2. 样品环
3. 接头
4. 刃环

图 3.16 样品环（左）及接头（右）

样品环可以使管路整体更为简洁美观，并且可以增加试剂在管路中的径向分散，减少轴向分散，从而减小峰展宽，获得更佳的测

试效果。

管路中的气泡会影响测定结果的准确性与稳定性，如果样品环中有明显可见气泡，请反复执行清洗或急停后继续测量，使载流充满管路排空气泡，如果现象依旧，请依次检查液面、插头连接等。

3.3.1.4 反应块

AFS 注射泵系列仪器的反应块为四通结构，其结构与连接方式如图 3.17 所示。

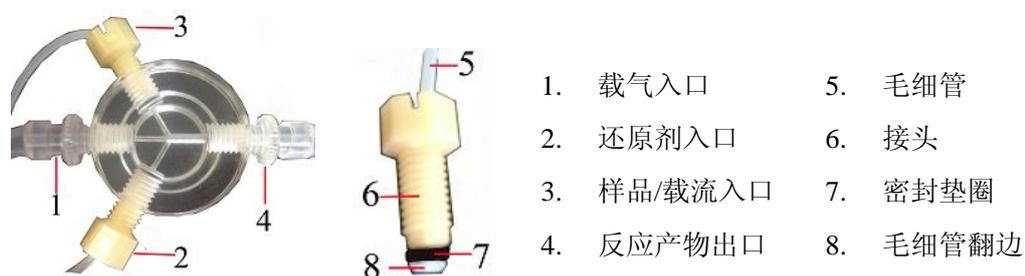


图 3.17 反应块与接头

与反应块（图 3.17 位置 4）相连的是一级气液分离器，反应产物从反应块进入一级气液分离器，其中的液体成为废液经一级气液分离器底部管道由蠕动泵排出。而气态混合物则从上部出口进入二级分离器再次进行水分去除后进入原子化器。

⚠ 注意

1. 接头安装时务必加装密封垫圈且保持合适松紧度；
2. 将塑料接头旋纹对好之后再用力旋紧，以防损坏。

3.3.1.5 蠕动泵

AFS-97 系列原子荧光光度计的流体驱动使用的是十滚轴六通道蠕动泵装置，AFS-95 系列则是十滚轴四通道蠕动泵装置，两者仅在通道数上有所区别。以六通道蠕动泵为例，其结构和泵管连接方式如图 3.18 和图 3.19 所示。

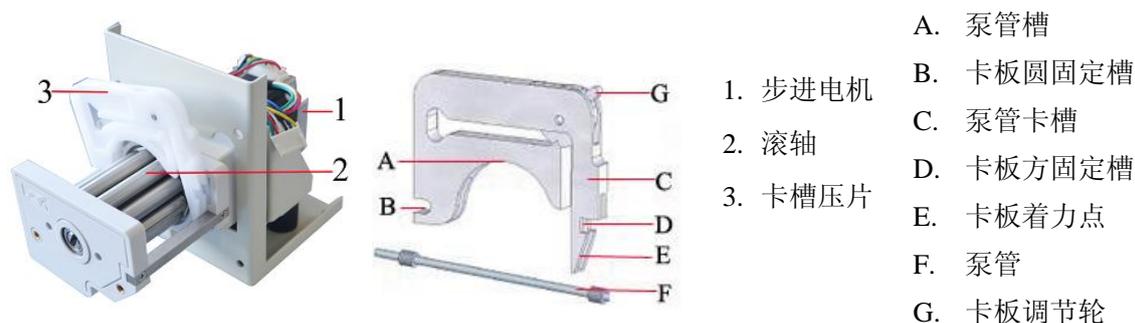


图 3.18 六通道蠕动泵与卡槽压片

蠕动泵有六（或四）个独立卡槽压片，他们在结构上完全一样，每个卡槽压片都可安装不同规格的泵管，且各卡板之间可以互换使用。

3.3.1.6 泵管连接与维护

泵管由卡槽压片夹在蠕动泵泵头上，泵头转动时，其中的溶液被挤压呈蠕动状不断前行，将样品溶液与还原剂溶液通过不同的管路送入到反应块中，同时将载流补充液输送到载流槽中，并将一级气液分离器的废液排出。

泵管的松紧程度可通过相应的卡板调节轮（图 3.18 位置 G）单独调节，调节轮可上下移动，处于最下端时，泵管为非挤压状态，越向上调节，泵管压紧程度越大。因此，在测试过程中，如果反应异常或稳定性较差，应及时检查泵管是否压实，液流是否正常（可以用有色溶液代替试液进行测试）。

! 注意

调节泵管松紧时，可先调节样品管的卡板调节轮，使样品/载流平稳流出，然后调节还原剂管卡板调节轮，直到反应块出口有丰富气泡即可。过松或过紧会导致进样异常，而且过紧时易损坏泵管，缩短泵管寿命。

六通道蠕动泵泵管的连接方式见下图。



图 3.19 六通道泵管连接示意图（顺时针转动）

泵管和毛细管规格（以内径尺寸表示，单位：mm）

| 种类 | 用途 | AFS-97 系列 | AFS-95 系列 |
|-----|------|-----------|-----------|
| 泵管 | 样品 | 1.52 | 无 |
| | 还原剂 | 1.14 | 无 |
| | 补充载流 | 1.52 | 1.14 |
| | 排废 | 3.17（2 根） | 3.17（2 根） |
| 毛细管 | 采样管 | 1.3 | 0.8 |
| | 还原剂管 | 0.75（绿色） | 1.3 |
| | 样品环 | 无 | 1.5 |
| | 清洗液管 | 无 | 1.3 |
| | 其他管 | 0.8 | 0.8 |

泵管维护：

- (1) 安装泵管时，应注意泵管松紧度是否合适，可通过卡板调节轮调节，用有色液流进行检验；
- (2) 泵管不可空载运行；
- (3) 应定期在泵管与滚轴间的空隙内滴加硅油；
- (4) 每次实验后，需将卡板调节轮调至最下端，使泵管处于非挤压状态；
- (5) 泵管使用一段时间后，应予以更换，老化不严重的泵管放置一段时间后还可以重复使用。

3.3.2 蒸气发生反应

AFS 注射泵系列的蒸气发生反应由注射泵、蠕动泵、反应块和气体分离器共同完成。

蒸气发生反应原理图见图 3.20。

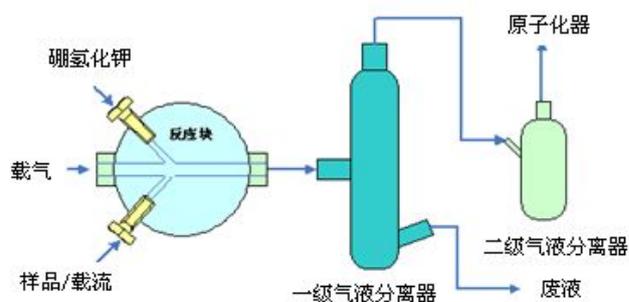


图 3.20 蒸气发生反应原理图

AFS-97 系列的蒸气发生系统流路示意图见图 3.21。

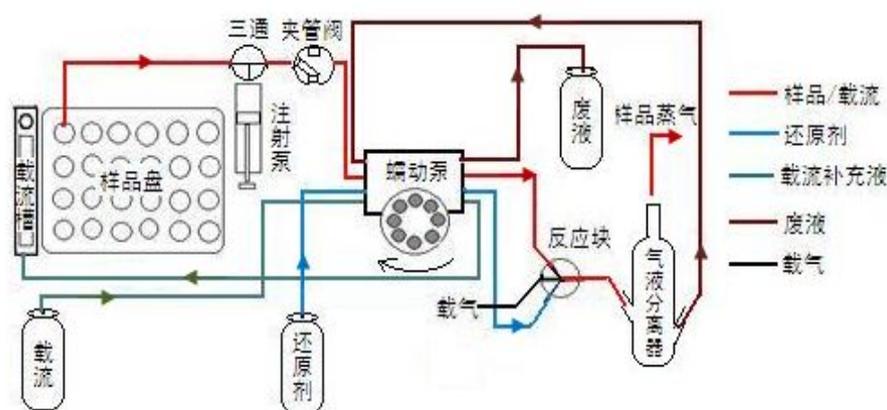


图 3.21 AFS-97 系列蒸气发生系统流路示意图

测量前，应执行清洗功能，使管路中充满载流，测量过程如下：

- 第一步：注射泵负责汲取定量样品溶液至采样管中；
- 第二步：蠕动泵转动将采样管中的样品溶液和还原剂溶液引入到反应块，同时吸取载流到采样管中清洗管路；
- 第三步：样品溶液和还原剂溶液在反应块中混合并发生化学反应，反应产物（包括气态混合物和废液）由载气携带进入一级气液分离器进行气液分离，废液从一级气液分离器出口排出；

第四步： 气态混合物进入二级气液分离器，经过再次气液分离后进入原子化器，被特制点火炉丝点燃，形成氩氢火焰，使待测元素蒸气原子化。

AFS-95 系列的蒸气发生系统流路示意图见图 3.22。

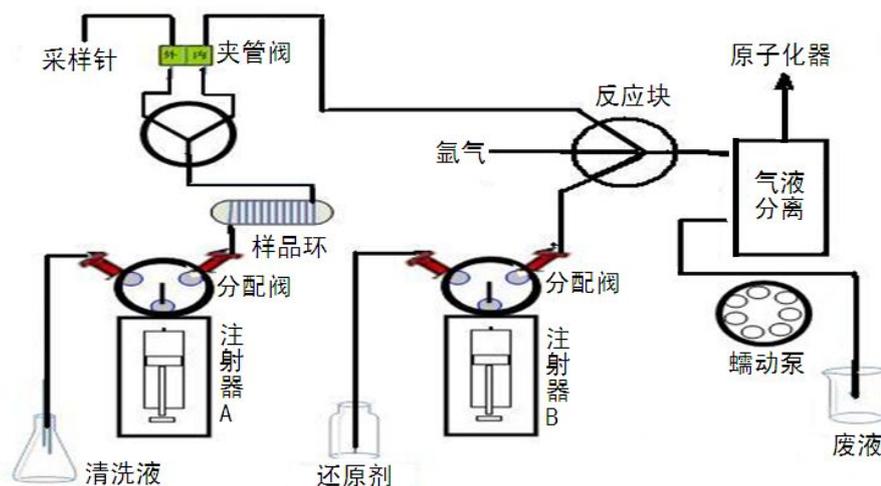


图 3.22 AFS-95 系列蒸气发生系统流路示意图

测量前，应执行清洗功能，使管路中充满载流，测量过程如下：

第一步： 注射器 A 吸取定量清洗液，注射器 B 吸取定量还原剂溶液，同时采样针移动到指定样品位置；注射器 A 吸取定量样品溶液至采样管中，随后采样针移动到载流槽位置，注射器 A 继续吸取载流，将采样管中的样品溶液推至样品环中；

第二步： 注射器 B 推出少量还原剂，以清除还原剂气泡；

然后注射器 A 和注射器 B 同时运行，分别将样品环中的样品和还原剂推送至反应块中反应，同时蠕动泵转动排出废液，并向载流槽中补充载流；

样品溶液和还原剂溶液在反应块中混合并发生化学反应，反应产物（包括气态混合物和废液）由载气携带进入一级气液分离器进行气液分离，废液从一级气液分离器出口排出；

气态混合物进入二级气液分离器，经过再次气液分离后进入原子化器，被特制点火炉丝点燃，形成氩氢火焰，使待测元素蒸气原子化。

第三步：注射器 A 吸取载流，清洗采样针与样品环之间的管路，随后吸取清洗液。注射器 A 将其中的试剂全部推出，用来清洗样品环和反应块，测试结束。

! 注意

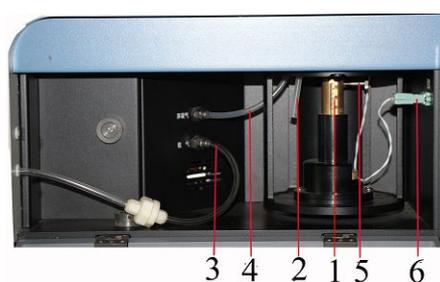
1. AFS-97 系列注射器和 AFS-95 系列注射器 A 中的液体是载流，严禁样品溶液进入注射器内；
2. 原子荧光光度计的原子化火焰实质为氩气氛围下的氢氧火焰，氩氢火焰为习惯叫法。

3.4 原子化系统

AFS 注射泵系列原子荧光光度计的原子化系统可使待测元素的气态化合物或原子蒸气实现原子化。其采用双层屏蔽式石英炉原子化器，中心为双层同心的石英炉芯，外周为固定与保温装置，特制点火炉丝安装在炉芯顶端。

3.4.1 原子化器

原子化器是原子化系统的关键部件，不同型号仪器的原子化室内部结构有所区别，但是原子化器在结构和功能上完全相同，以其中一种结构为例进行介绍，见图 3.23。



1. 原子化器
2. 蒸气软管
3. 载气软管
4. 屏蔽气软管
5. 原子化器固定螺钉
6. 炉丝供电插头

图 3.23 原子化室内视图

原子化器安装到仪器上时，要注意其光学位置，元素灯的透镜筒顶端和检测窗口透镜筒顶端处在以炉芯中心位置为圆心的同一圆周上，即透镜筒内透镜的焦点在炉芯中心，因此安装原子化器时应保证炉芯的中心位置距离三个透镜筒顶端为等距（目视），否则由于焦距发生变化，会严重影响灵敏度。

原子化器结构见图 3.24。

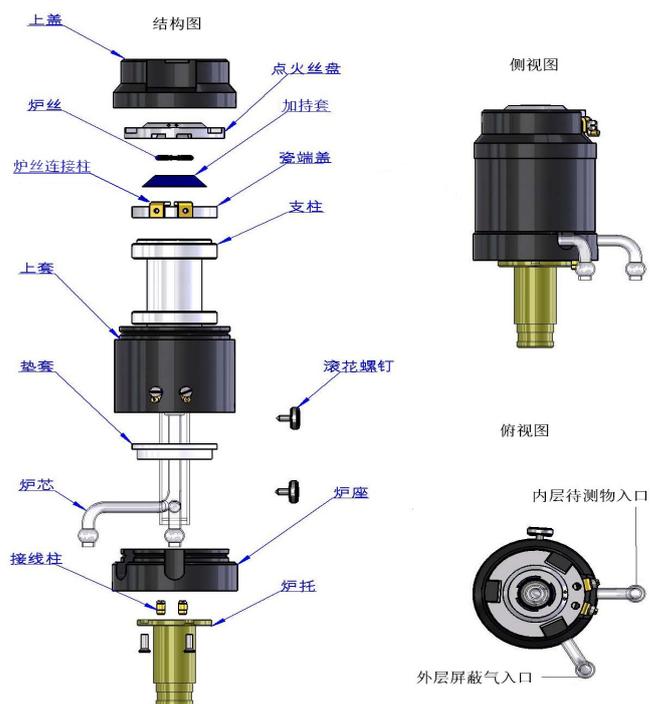


图 3.24 原子化器结构图

原子化器炉芯为石英材质双层结构，进入内层的为载气（氩气）、待测元素的原子蒸气或气态化合物和氢气的混合气体，外层通入屏蔽气（氩气）。内层气体入口和外层屏蔽气入口通过硅胶管分别与二级气液分离器出口和屏蔽气口相连。

炉芯上方的电热炉丝固定在加持套上，炉丝有两个作用，一是点燃氢气，在炉口上方形成浅蓝色的氢氧火焰，使待测元素的原子蒸气或气态化合物实现原子化。二是维持原子化器基础温度（200℃左右），这一温度可对气态混合物进一步干燥，以减少水分进入火焰区域，从而提高数据稳定性。

炉丝下面有一个石棉垫圈，用于保证炉丝平整且和炉芯顶端平齐，

如果不装配石棉垫，会导致炉丝低于石英炉芯顶面，接触不到氢气而不能点燃火焰，此时会导致没有信号强度。因此，更换炉丝时一定要保证炉丝和炉芯顶端平齐。

3.4.1.1 炉芯和炉丝的更换

长期使用会出现炉芯污染、炉丝老化或断裂等现象，这些现象将影响测量灵敏度，此时应更换炉芯或炉丝。更换时应首先从主机中取出原子化器再拆卸，具体方法如下：

拔下原子化室内的炉丝供电插头（图 3.23 位置 6），分别将屏蔽气软管（图 3.23 位置 4）和蒸气软管（图 3.23 位置 2，蒸气包括待测元素蒸气、氢气、载气和水蒸汽）从原子化室内的过渡接头和二级气液分离器处取下，松开原子化器下方的固定螺钉（图 3.23 位置 5），慢慢向上即可取下。

拆卸时请参照图 3.24，沿轴向从上到下依次松开并小心取下各零件，更换后，按照从下到上顺序依次将各部件固定合适。



警示

测量过程中原子化器处于高温状态，务必等温度降下来后再取出拆卸。

注：由于 Hg 很容易被还原（还原剂浓度和样品酸度可以降低），且是以原子蒸气方式进入原子化器而不需要原子化，可以实现冷汞测量。因此当原子化温度较低时，不影响 Hg 的灵敏度。所以当 As、Sb、Se 等元素的灵敏度很低或没信号，而 Hg 正常时，首先检查炉丝和火焰状况，其次检查还原剂浓度和样品酸度。

3.4.2 升降机构

AFS 注射泵系列原子荧光光度计型号不同，配备的升降机构不同，虽然结构有差别，但作用相同，见图 3.25。

升降机构用于调节原子化器高度（通常也称为“炉高”），原子化器高度是指原子化器上端石英炉芯端口水平面与光电倍增管镜头中心的垂直距离。元素不同，最佳激发位置不同，产生最大

灵敏度的高度也就不同，所以需要调节原子化器高度，以获得最佳反应高度。手动左右旋转高度调节旋钮，即可进行调节，一般设置在（8~10）mm 之间。图中位置 5 显示当前原子化器高度为 10mm。

这两种升降机构如下图所示：



图 3.25 升降机构图

3.5 光源与光学系统

3.5.1 光源

AFS 注射泵系列原子荧光光度计所用的激发光源均为特制高强度空心阴极灯，鉴于测量灵敏度与激发光源强度成正比，所使用的空心阴极灯为双阴极结构（Hg 灯除外）。空心阴极灯的供电采用脉冲供电、恒流驱动方式，脉冲灯电流大小决定于激发光源发射强度。在一定范围内，荧光强度随灯电流增大而增大，但灯电流过大，会缩短灯使用寿命，并且会发生自吸现象。

AFS 系列仪器上所使用空心阴极灯与 AAS 系列仪器上所使用灯发光原理相同，但制作工艺有很大区别，两者不能互换使用，前者具有以下特点：

- （1）适应短脉冲大电流工作而不发生自吸；
- （2）适合荧光仪器的短焦距结构。

在进行多元素同测时，元素灯交替点亮，激发出不同元素的特征荧光信号，实现多元素同时测量的目的。仪器条件中设置的灯电流为灯点亮后的脉冲峰-峰值，而非平均工作电流。

AFS 注射泵系列原子荧光光度计的元素灯因工作电流较大，因而寿命较短，一般为 3000mA.h。长期放置的元素灯因内部填充的惰性气体泄露有可能导致发光不稳定，新购置的元素灯建议在使用前用大电流激发老化半小时左右，以确保发光稳定。

3.5.2 光学系统

目前国内的商用型原子荧光光度计均采用非色散方式，即没有分光系统，但 AFS 注射泵系列仪器毕竟属于光谱仪器，因而仪器内也存在少量光学部件。

AFS 注射泵系列仪器的光学部件主要是透镜，在每个元素灯前都有一个聚光透镜，激发光源的辐射光经透镜聚焦后，汇聚在原子化器石英炉的火焰中心，以使尽量多的待测元素基态原子吸收特征辐射能量，进而生成更多的激发态原子，激发态原子在去活化过程中释放出的荧光谱线以石英炉芯为中心，呈球面向四周辐射。在光电检测器前方也有一个聚光透镜，其目的是将辐射出的荧光以 1:1 的成像关系汇聚成像在 PMT 的光阴极面上，所有透镜的焦距相同，物距=像距= 60mm。

灯室内嵌有一个与水平面成 45°斜角的玻璃反光装置，能够将穿过原子化器后的灯辐射能量（入射光）通过烟囱反射出去，有效避免了杂散光的影响。因此一定要保证元素灯处于水平位置，否则，灯的入射光会在原子化室内漫反射，造成空白过高。

3.6 检测与数据处理系统

AFS 注射泵系列原子荧光光度计采用非色散系统，容易受到杂散光的干扰，因而 AFS 的检测器采用的是日盲型光电倍增管(PMT)，其特点是对波长在 (160~320) nm 范围内的光有很高的灵敏度，虽然日盲光电倍增管对其他波长的光灵敏度较低，但是依然会有响应信号，因此在实验过程中禁止打开灯室盖和原子化室门，尽量降低外界光对测定产生的干扰。光电倍增管负高压默认值为 300V，一般设置在 300V 左右，可根据灵敏度高低情况进行更改，

常用范围（200~500）V。

PMT 的作用是将光信号转化成电信号，以电流形式输出，其输出的电流信号经电流/电压转换后再进一步放大，经过解调和模/数转换（A/D）转换等一系列处理和运算，最终通过计算机显示和输出。

3.7 气路系统

3.7.1 气路装置

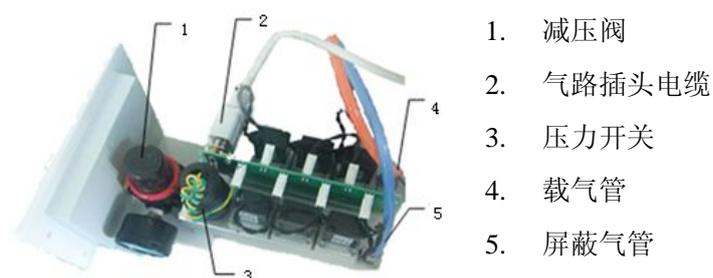


图 3.26 气路结构俯视图

AFS 注射泵系列原子荧光光度计的整个气路控制由计算机自动完成，根据用户设定的载气和屏蔽气流量自动调节。

如图 3.26 所示，气路系统为阵列式多路电磁阀结构，位于仪器后部，拧下固定螺丝即可拉出。每个电磁阀均已在出厂前调整为固定流量，通过电磁阀不同数量的组合就可以得到不同的流量。

气瓶出口压力一般控制在（0.20~0.30）MPa 之间，气体在进入电磁阀之前，先通过稳压装置，使气路压力恒定在 0.20 MPa，以保证稳定一致的气体流量。仪器的各个电磁阀流量设置如下：

| 分类 | 载气阀 | | | 屏蔽气阀 | | |
|------------|-----|-----|-----|------|-----|-----|
| | 编号 | VC1 | VC2 | VC3 | VS1 | VS2 |
| 流量（mL/min） | 100 | 200 | 300 | 100 | 200 | 800 |

载气流量在（300~600）mL/min 之间可变，屏蔽气的流量在（800~1100）mL/min 之间可变，最小变化量为 100mL/min。

注：选配了质量流量控制器式气路（MFC）的用户，可以根据需要设置更小的流量梯度，由 PC 机程控 MFC，实现流量设置。

3.7.2 气路保护

AFS 注射泵系列原子荧光光度计的气路保护装置包括气路压力检测和气液隔离装置。

气路压力检测保护装置（即压力开关）见图 3.26 位置 3，位于电磁阀阵列与稳压系统中间，当减压阀输出压力小于 0.15MPa 时，该保护装置提示报警，同时仪器停止运行，此时首先需要检查气体钢瓶总压力与减压阀压力是否正常，若均正常，再检查气路结构中压力开关是否调节至合适位置。

减压阀调节方法：减压阀出厂前设定的压力值为 0.20MPa，如果使用压力出现变化，需要重新调整时，应将减压阀的上盖向上拔起，然后缓慢旋转，调整到所需要的压力后，再将上盖按下（见图 3.26 位置 1）。

压力开关调节方法：压力开关只是起到压力监测作用，并不控制载气流量，出厂前的阀门值设置为 0.15MPa，如果管道内的氩气压力低于 0.15MPa，软件会给出无载气提示，原因之一是氩气钢瓶的出口压力较低，其二是压力开关监测失误或监测阀门值出现变化，这时需要轻轻震动压力开关或者是重新调整监测阀门值，调整方法如下：将压力开关的保护皮套取下，可看到压力开关顶部有一个内六角螺钉，用内六角扳手轻轻旋转该螺钉可改变监测阀门值（顺时针旋转加大阀门值，逆时针减小阀门值）。

图 3.27 所示为气液隔离装置，安装于反应块之前的载气管路中，可避免因异常情况导致液体回流倒灌进入气路模块而对金属部件造成腐蚀。

气液隔离装置内有隔离膜片，如果膜片受到腐蚀会导致载气的流量下降而影响灵敏度，这时可适当加大载气流量。如果膜片彻底损坏，则需要更换膜片或气液隔离装置。



图 3.27 气液隔离装置

! 注意

更换气瓶时，应先清洁气瓶出口灰尘杂物，以免堵塞气路；
测试前，应先打开气瓶，以防止液体倒灌，腐蚀气路系统。

第四章 仪器安装与验收

4.1 安装要求

4.1.1 环境温湿度

- 温度：（15~30）℃
- 相对湿度：≤ 85%

过低的室温会影响蒸气发生反应，造成灵敏度大幅下降。相对湿度过高则会增加对氩氢火焰的干扰，使得测量重复性变差，严重者会导致电路短路，损坏仪器。因此，在南方或温湿度较高的地区，为保证测量质量及计算机和主机电子线路的安全，建议安装除湿机和空调。若温度低于 15℃，应有加温设备。

4.1.2 电力供应

电源要求：（220±22）V，（50±1）Hz，功耗：300VA 左右。

在电力供应不稳定地区或周围有其他高耗电设备的实验室，应为仪器及计算机系统配备 1kVA 以上交流稳压电源；其输出端应配有一个多用插座盒，并有良好接地。

注意

实验室供电接地制作方法：用一铜板埋入地下一米，倒入盐水，引出一截面积为 4 平方毫米电线至实验室配电板，要求接地电阻小于 10Ω。

4.1.3 设备摆放

仪器应按照蒸气发生装置、主机、计算机（从左到右）的顺序依次摆放在稳定的实验台上，避免阳光直射。实验台表面应具有防酸、碱保护（比如铺设橡胶垫）。建议工作台尺寸：长 2.5m、宽 1.0m、高 0.8m，摆放台四周应留有 50cm 以上的空间，以利于仪器的安装和维修。

气体要求

| 种类 | 供气压力 | 最大消耗 | 纯度 |
|----|-----------------|----------|----------|
| 氩气 | (0.20~0.30) MPa | 1.8L/min | ≥ 99.99% |

排风装置

为了操作人员的身体健康和仪器的正常使用，必须要求有排风设备，见图 4.1。

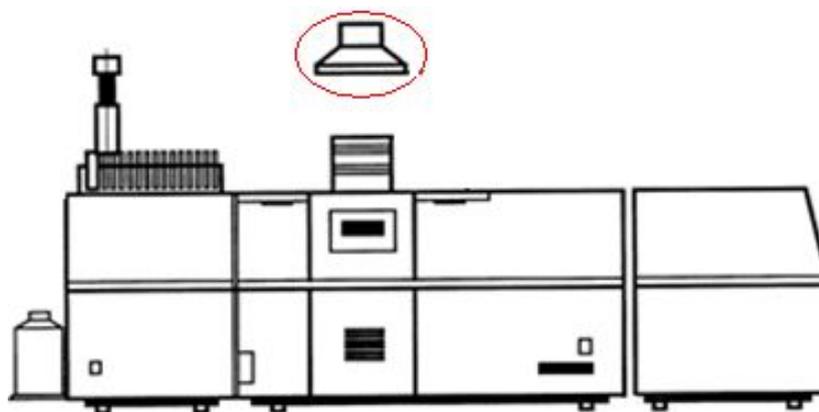


图 4.1 排风装置示意图

排风系统抽风口的中心距离工作台面 90cm 左右，排风量不宜过大，以免影响仪器的稳定性，并且不得与其它设备共用一个排风通道。推荐排风量不小于 $15\text{m}^3/\text{min}$ 或风机功率不低于 50W。

可通过仪器主机右前侧的水平调节底座调节仪器的平稳（详见章节 3.1 图 3.2 位置 6）。

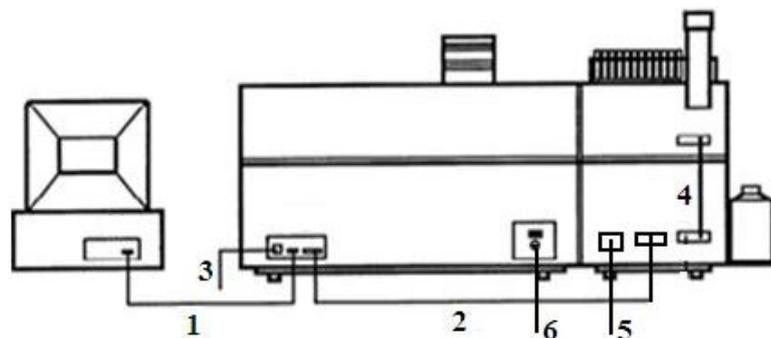
4.2 设备安装

4.2.1 管路连接

反应管路的连接请参考章节 3.3 中 AFS-97 系列和 AFS-95 系列蒸气发生系统流路示意图。

4.2.2 电气线路连接

AFS 注射泵系列原子荧光光度计中代表型号的连接示意图见图 4.2，不同型号的仪器因配置和结构不同，连接方式稍有区别，具体连接方法请参考各仪器后面板上接口标识与章节 3.1 中关于主机后面板的详细介绍。



1. 主机-计算机 RS232 接口电缆
2. 主机-蒸气发生装置连接电缆
3. 主机电源接口
4. 自动进样器-蒸气发生装置连接电缆
5. 蒸气发生装置电源接口
6. 气路快插接口

图 4.2 代表型号仪器连接示意图

对于 AFS-9750 和 AFS-95 系列来说，由于蒸气发生装置与主机是一体化设计，且配备的是 AS-50 自动进样器，因此，没有图 4.2 中主机与蒸气发生装置的连接电缆，而是一根主机与自动进样器之间的串口通讯电缆（主机后面板标有“AS”字符的端口，RS232 接口）。

AS-10 自动进样器的 Y 向臂杆在装箱时是与 Z 向臂杆分开包装的，安装仪器时需把自动进样器的 Y 向臂杆与 Z 向臂杆连接起来。可按以下步骤操作：

- （1）将 Y 向臂杆上的两枚销钉插入 Z 向臂杆相应的两个销钉孔中，拧入两个螺钉；
- （2）插上连线插头；
- （3）罩上上罩，从下部将两枚沉头螺钉拧紧。

AS-50 自动进样器的横向臂杆与纵向臂杆分开包装，安装仪器时需把自动进样器的横向臂杆与纵向臂杆连接起来。

注意

在连接各种电缆时，要注意各种插头的标示符，不能接错。

连接气路时，首先将随机配备的快接插头连接到氩气减压阀（即氧压表）上，再用随机配备的气路软管（规格： $\Phi 4 \times 6$ ）连接减压阀和仪器气路入口快插接口。气路接好后，应打开气源，用丰富泡沫溶液（如肥皂水）涂抹管路各接头连接处，检测是否漏气。

注意

AFS 注射泵系列仪器使用的是能够进行调压的氧压表（最小刻度 0.10MPa），不能使用氩气表。另外要注意压力表上次级压力（输出压力）开关的旋转方向，逆时针为减小输出压力或关闭，顺时针为增大输出压力。

4.2.3 元素灯安装与更换

图 4.3 所示为灯室图（以两灯位为例），图 4.4 为元素灯架图。打开灯室上盖，可以看到元素灯、灯架（两个或四个）、灯插座等部件。



图 4.3 灯室图

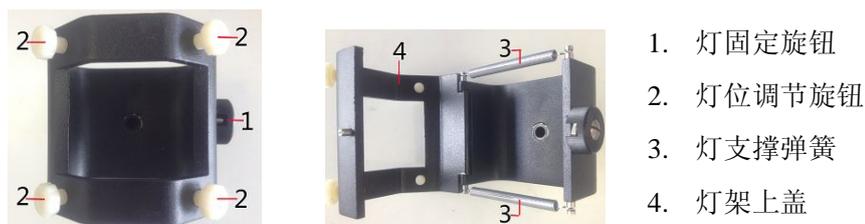


图 4.4 元素灯架图

元素灯安装：

进行元素灯安装和拆卸时，均应先关闭主机电源。安装元素灯时，将灯插头上的定位销对准灯插座上的定位槽，垂直插入并插到底。然后打开灯架上盖，将元素灯放入、固定。取下时，应先拔掉灯插头，用手按住元素灯，再打开固定装置，以防止灯体被弹出而损坏。



元素灯更换：

更换元素灯时应先将灯电流设置成“0”，等灯冷却半分钟左右，切断主机电源，再进行更换操作。更换时首先将灯插头从插座上拔下，一只手扶住灯架上盖或元素灯（避免固定旋钮松开后元素灯因弹簧作用而弹出摔坏），另一只手旋转灯固定旋钮，至旋钮凹槽与灯架上的卡销吻合，然后缓慢打开灯架上盖，将灯取下。

⚠ 注意

安装和拆卸元素灯时，首先务必关闭仪器主机，固定前或取下时用手按住灯体，防止灯被弹簧弹出造成损坏；灯插头凸处一定要与插座的凹处完好吻合，且不能带电拔，否则会损坏仪器；调节元素灯时四个调节旋钮要配合使用，以确保元素灯水平放置，避免倾斜。

4.3 仪器验收

AFS 注射泵系列原子荧光光度计在出厂前已经进行了严格的过程检验和成品检验，各项指标均合格。

本公司仅对砷（As）和汞（Hg）两种元素的重复性和检出限指标进行测试，具体测试方法和指标要求请参照原子荧光光度计国家检定规程（JJG 939-2009）。

溶液配制方法见附录 A。

第五章 仪器操作指南

5.1 仪器测量前准备

5.1.1 安装元素灯

将待测元素灯安装在任意一个灯架上。

5.1.2 开气

打开气瓶阀门，调节压力表出口压力在（0.25~0.30）MPa 之间。仪器安装、重新连接气路或在实验过程中发现数据异常波动时，应考虑气路密封性问题，可使用泡沫丰富的肥皂水检查。

注意

不开气源或者气源压力不足均可导致测量时出现“无载气”提示，禁止操作。

5.1.3 仪器开机

1. 检查计算机与仪器线路连接状态，确保连线正常；
2. 打开计算机；
3. 依次打开蒸气发生装置电源开关、原子荧光主机电源开关，待仪器完全进入复位待机状态后，即可打开操作软件。

注意

自动进样器上电复位所需时间随初始状态不同而有所区别，故最好在自动进样器复位动作完成后，再开启主机电源开关，以免引起主机与自动进样器通信失败故障。

5.1.4 灯位调节

不同的元素所需的原子化器高度不同，可根据操作软件推荐高度进行调节，原子化器高度常用范围：（8~10）mm。使用升降机构调节原子化器高度，调光器（图 5.1）调节光斑位置。

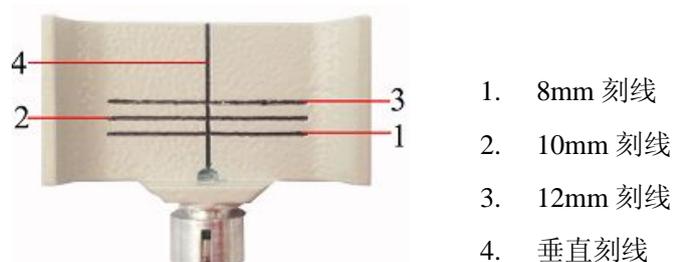


图 5.1 调光器

以砷元素为例，砷元素最佳原子化器高度为 8mm，具体调节步骤如下：

1. 仪器操作软件执行关气功能，将调光器放在炉芯上，使调光器刻度面垂直于砷元素灯透镜镜筒；
2. 调节原子化器升降结构，使原子化器高度为 8mm，即升降机构标尺在 8mm 处（参见章节 3.4.2）；
3. 调节砷元素灯架上的灯位调节旋钮（参见章节 4.2.3），四个旋钮配合使用，使光斑圆心与调光器上垂直刻线和 8mm 刻线的十字交叉点重合；
4. 调节完毕后，取下调光器。

其他元素灯的调节方法同砷元素。

如果光斑不清晰（说明聚焦不好），可适当调节元素灯的前后位置，调节完成后，需确保元素灯保持水平。如果两种元素同测，另一只元素灯调节方法同上。最后，调整调光器，使其刻度面垂直于检测器入射光镜筒，保证两只灯的光斑圆心在调光器上垂直刻线和相应高度的十字交叉点重合。

汞元素灯激发荧光较弱，光斑不明显，调节时可以打开“仪器自检”选项，点击元素灯能量自检，在光斑较亮的状态下进行调节。

5.1.5 仪器预热

1. 静态预热

双击软件图标，进入仪器软件操作界面，打开“方法条件设置”标签，可进行元素灯设置，仪器可自动识别相应通道上的元素灯种类，如进行单元素测量，将不测元素设置为“None”（位于下

拉菜单内) 即可。

根据实际分析需求选择不同的灯电流，空心阴极灯点亮后应发光稳定、无闪烁现象。点击“点火”按钮，炉丝发亮，仪器开始对空心阴极灯和原子化器进行预热，一般 20 分钟后即可达到相对稳定状态。点击工具栏中的“静态”按钮，“仪器静态监视”窗口打开，可实时监测灯预热情况，如图 5.2 所示。适当升高原子化器挡光，荧光信号增大，更利于观察。

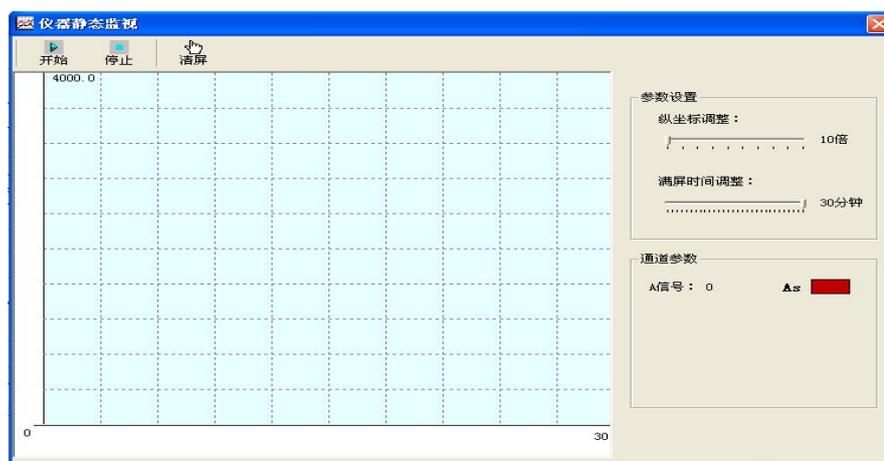


图 5.2 仪器静态监视

2. 动态预热

| 操作 | 图标 | 执行 |
|----------|---|-------------|
| 单击<检测>按钮 |  | 对标准空白进行连续测定 |

准备好所需试剂，点击“检测”按钮，对载流进行连续测定，可对空心阴极灯及原子化器等各个部分进行充分预热，通常预热（10~20）min 即可。

注意

在进行元素灯预热时，需点击“检测”按钮，在测试状态下进行，若仅打开主机而不运行测量功能，元素灯不启用工作电流，达不到预热效果。

5.1.6 分析条件设置



图 5.3 方法条件设置

如图 5.3 所示，在“方法条件设置”界面中，可以对元素灯参数、灯工作方式、进样方式以及测试时所用的负高压、气流量、读数和延迟时间等基本条件进行设置。使用者依据待测元素的大约含量来确定标准曲线的浓度范围，并将灯电流、负高压等各项参数值设定合适。载气流量和屏蔽气流量按照软件默认即可。延迟时间、积分时间需要根据实际测样过程中出峰的位置情况进行调节，一般按照软件默认值即可。

! 注意

参数设定可采用默认值，也可根据实际情况调整。灯电流和负高压值越大，荧光信号愈强，但灯电流太大会缩短灯的使用寿命，而负高压太高会降低信噪比。

5.2 仪器工作参数的设置与优化

5.2.1 光电倍增管负高压

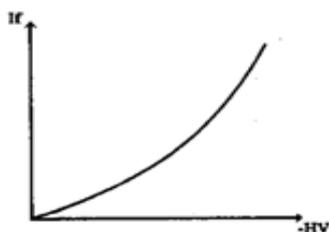


图 5.4 荧光强度与负高压的关系

光电倍增管负高压是指施加于光电倍增管两端的电压。光电倍增管将光信号转换成电信号，并通过放大电路将信号放大。在一定范围内，负高压与荧光信号（荧光强度 I_f ）成正比，如图 5.4。负高压越大，放大倍数越大，但同时暗电流等噪声也相应增大。因此，负高压设置满足分析要求既可，不能设置过高。一般采用仪器 300V 左右即可。

5.2.2 灯电流设置

AFS 注射泵系列仪器不仅可以自动识别元素灯的种类，也可自动判别单、双阴极灯。对于单阴极灯，只需设置总电流即可；对于双阴极灯，总电流为主阴极与辅助阴极灯电流之和，设置好总电流后，辅助阴极电流自动设置为总电流的一半，即主阴极与辅助阴极灯电流的配比为 1:1。不同的元素，主阴极与辅助阴极灯电流的最佳配比不同，用户可通过实验进行调整。A、B 道的灯电流需分别输入，范围为（0~150）mA，最小变量为 1mA。一般采用软件默认值即可。

汞灯实际上为阳极汞灯，灯电流设置不宜过高，常用范围（15~30）mA。汞灯易受温度等外界因素的影响。

5.2.3 原子化器高度

原子化器高度是指原子化器顶端到透镜中心水平线的垂直距离，而不是原子化器的实际高度。因而其指示数值越大，原子化器反而越低，氩氢火焰位置也越低。

在载气和屏蔽气流量、反应条件不变的情况下，氙氢火焰的形状是一定的，激发光源在氙氢火焰上的照射位置决定于原子化器的高低。当激发光源照射在氙氢火焰上原子蒸气密度最大位置时，激发出的原子荧光信号（即荧光强度）最强。而原子蒸气以火焰中心线为轴心呈扩散状分布，通常在火焰的中心线，原子蒸气密度最大，外围逐渐减小；在火焰中的不同高度，原子蒸气密度差异很大。不同元素在火焰中的最佳原子化高度不同，但在实际运用中，元素灯照射在火焰上的光斑较大，而各元素最佳观测高度相差不大。一般原子化器高度范围为（8~10）mm。

5.2.4 气流量设置

由蒸气反应产生的待测元素气态原子或化合物、氢气及少量的水蒸汽在载气（氙气）的推动下进入屏蔽式石英炉芯的内管，即载气管。氢气被点燃，形成氙氢火焰，待测元素的气态原子或化合物在此火焰中进行原子化形成原子蒸气。石英炉芯的外管和内管之间通有氙气，作为氙氢火焰的外围保护气体，称为屏蔽气，具有保持火焰形状稳定、防止氢化物被氧化及防止荧光猝灭的作用。载气流量对氙氢火焰的稳定性、荧光强度的大小影响很大。载气流量太小，氙氢火焰不稳定，重现性差；载气流量过大，原子蒸气被稀释，荧光信号降低，过大的载气流量还可能导致氙氢火焰被中断，无法形成，使测量没有信号。

屏蔽气流量过小，屏蔽效果差，氙氢火焰宽大，信号不稳定；屏蔽气流量过大，氙氢火焰细长，信号不稳定且灵敏度降低。

5.3 样品测量

各种试剂和溶液准备好后，点击“清洗”按钮，执行清洗程序，在此过程中调节蠕动泵卡板调节轮，观察还原剂管、样品管、排废管及载流补充管，以液体能够稳定流动为准，同时观察蒸气反应是否发生，反应管中有丰富气泡产生即为正常。

标准溶液和样品溶液可以按默认位置摆放，也可根据实际情况进行修改，AS-10/40 设置如图 5.5 所示，AS-50 设置如图 5.6 所示。



图 5.5 AS-10/40 自动进样器设置



图 5.6 AS-50 自动进样器设置

5.3.1 标准曲线测量

如图 5.7 所示，选择“样品测量”标签下的“空白测量”，选中“标准空白测量”，点击“测量”按钮，当两次测量结果小于空白判别值时，仪器自动停止，同时读取标准空白值。

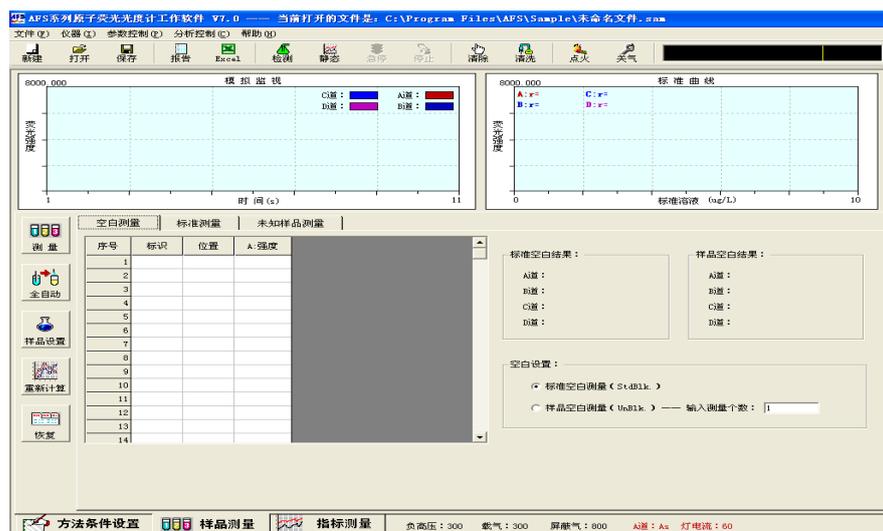


图 5.7 空白测量

点击“标准测量”，如图 5.8 所示，输入标准系列浓度值。光标回到首行，点击“测量”按钮，标准曲线测量完成后，仪器自动停止，同时显示标准曲线信息。

| 空白测量 | | 标准测量 | 未知样品测量 | | |
|--------|-------------------------------------|--------|--------|--------|----|
| 序号 | A:道 | A:输入浓度 | A:强度 | A:计算浓度 | A: |
| STD. 1 | <input checked="" type="checkbox"/> | 1.000 | | | |
| STD. 2 | <input checked="" type="checkbox"/> | 2.000 | | | |
| STD. 3 | <input checked="" type="checkbox"/> | 4.000 | | | |
| STD. 4 | <input checked="" type="checkbox"/> | 8.000 | | | |
| STD. 5 | <input checked="" type="checkbox"/> | 10.000 | | | |
| STD. 6 | <input type="checkbox"/> | | | | |
| STD. 7 | <input type="checkbox"/> | | | | |
| STD. 8 | <input type="checkbox"/> | | | | |
| STD. 9 | <input type="checkbox"/> | | | | |

图 5.8 标准测量

5.3.2 未知样品测量

1. 点击“空白测量”标签，选中“样品空白测量”，设定空白测定次数。点击“测量”，测量完毕后，仪器自动停止，同时读取样品空白值。
2. 点击“未知样品测量”标签，点击“样品设置”按钮，弹出“样品参数设置”对话框，如图 5.9 所示，设置起始行、样品个数、样品名称、起始编号等信息。



图 5.9 样品参数设置

设置完毕后，将光标定至第一行，点击“测量”按钮，仪器开始测量未知样品，并给出样品浓度、荧光强度等信息。

⚠ 注意

测量标准空白值时，如果仪器自动停止，空白值为最后两次测的平均值；如果手动停止，则为最后测量值。

5.4 数据处理

点击“保存”按钮可保存测量结果。

点击工具栏中“报告”按钮，可以编辑如图 5.10 所示的各项报告信息。点击“文件”——“报告打印”，可以选择打印如图 5.11 所示的各项报告内容。

5.5 清洗

测量结束后，倒出载流槽中剩余载流，将采样针和还原剂管放入去离子水中，点击“清洗”按钮。清洗干净后，将管路从水中拿出，继续“清洗”功能，排空管路中液体。

5.6 关机

点击“熄火”，退出操作软件，关闭主机电源、自动进样器电源、计算机电源，关闭气瓶。



图 5.10 编辑报告信息

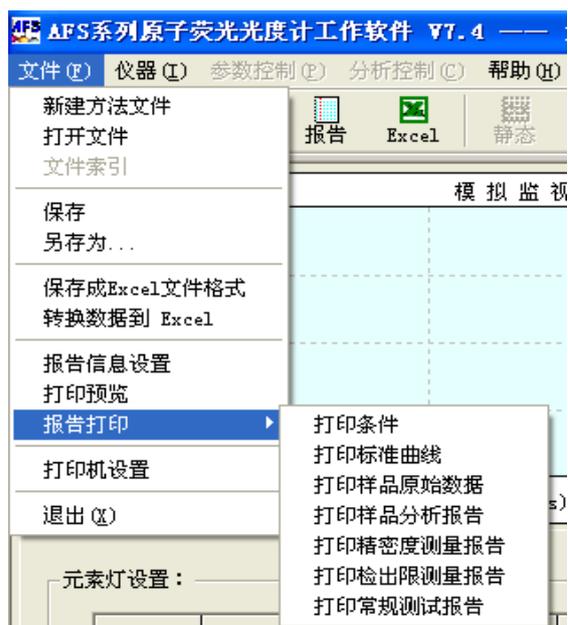


图 5.11 报告打印

第六章 仪器维护

大部分金属化学性质活泼，极易受到外界环境条件（如水汽、酸、碱等）的影响而发生锈蚀。为了使仪器能够保持良好性能，延长使用寿命，需要经常对其进行维护和保养，减少锈蚀侵袭。

6.1 日常维护

1. 严禁将酸液、碱液、水等液体洒在仪器上，误洒时，请及时清理；
2. 每周用钟表润滑油涂抹裸露活动部件，如自动进样器丝杆、滑轨部件、蠕动泵等，既可保证设备部件的润滑，又能有效地隔离金属与空气中的酸碱，减少部件的腐蚀；
3. 每两周用纱布或毛巾蘸少量凡士林反复擦抹仪器表面及内部可接触到的地方（光学仪器，严禁触碰透镜）；
4. 泵管老化时及时更换；
5. 仪器应定期通电运行，不可长期搁置。

6.2 操作注意事项

1. 出现故障时，应及时与本公司指定的维修服务站联系，或在本公司售后服务人员的指导下进行各类操作；
2. 使用与仪器配套带有 RS232 接口的商用计算机；
3. 安装元素灯时务必关闭主机电源，确保灯头上定位销与灯座定位槽吻合，错位连接可能烧坏主板，导致通讯失败；
4. 调光时先关闭氩气，以免调光器堵塞载气通路导致返液；
5. 更换元素灯一定要在关机一段时间后再进行操作，防止灯丝在过热时受到振动而发生阴极材料溅射，影响灯的发光强度和寿命；
6. 仪器运行前，一定要先打开氩气阀门，调好出口压力；
7. 若样品浓度过高，可点击“清洗”按钮，反复清洗采样管/样品环再进行测量；

8. 测试结束后一定要清洗管路，将管道内液体排空，然后再把卡板调节轮调节到最下端，使泵管处于非挤压状态，最后再关闭氩气瓶阀门，以防液体回流腐蚀气路控制箱；
9. 定期向泵管和滚轴间滴加硅油，防止磨漏；
10. 及时清理二级气液分离器中的积液；
11. 打开操作软件的同时打开仪器电源，间隔不要过长，否则可能造成计算机与仪器主机的通讯中断；
12. 载流和还原剂宜现用现配；
13. 元素灯预热应该在测量状态下进行，汞灯、铈灯预热时间应长些，最好在 1 小时左右；
14. 仪器应点火预热 20 分钟以上，仪器稳定以后再进行测量。

6.3 仪器常见故障排除

仪器常见故障排除方法

| 序号 | 故障现象 | 故障原因或解决办法 |
|----|---------------|-------------------------|
| 1 | 开机电源指示灯不亮 | 检查电源保险丝 |
| 2 | 灯能量检测无反应 | 接触不良或检测电路故障 |
| 3 | 测量时注射泵不动作 | 柱塞锁紧螺母脱落；注射泵驱动器损坏 |
| 4 | 软件点火后炉丝不亮 | 检查炉丝是否烧断，更换电炉丝 |
| 5 | 软件提示无载气 | 检查氩气钢瓶是否打开或压力是否调节到规定范围 |
| 6 | 软件提示信号溢出 | 降低测量条件、稀释高浓度样品 |
| 7 | 软件功能菜单灰化，禁止使用 | 连接数据库 |
| 8 | 测量时信号弱 | 校正灯位；更换泵管；压紧排废泵管 |
| 9 | 测量时无信号 | 检查反应管是否有气泡；更换泵管；更换气液隔离膜 |
| 10 | 测量时空白高 | 管路污染；试剂污染，例如酸、硼氢化钾、水等 |
| 11 | 标准曲线线性不好 | 用 20% 硝酸溶液浸泡所用的试剂瓶 |

附录 A 仪器验收溶液的配制

A.1 标准溶液的配制

A.1.1 试剂及纯度

硝酸：优级纯；盐酸：优级纯；实验用水：去离子水；
硫脲：分析纯；硼氢化钾（或硼氢化钠）：含量不小于 95%；
氢氧化钾（或氢氧化钠）：分析纯；重铬酸钾：分析纯。

A.1.2 1mg/mL 砷、汞标准储备液

均从国家标准物质研究中心购买

A.1.3 1 μ g/mL 砷、汞标准使用液的配制

- （1）准确移取 A.1.2 规定使用的 1mg/mL 的砷标准储备液 0.1mL，放入 100mL 的容量瓶中，加入 5mL 浓盐酸，用去离子水稀释至刻度，摇匀备用。
- （2）准确移取 A.1.2 规定使用的 1mg/mL 的汞标准储备液 0.1mL，放入 100mL 的容量瓶中，加入 3mL 浓硝酸和 0.05g 重铬酸钾，再用去离子水稀释至刻度，摇匀备用。

A.1.4 0.1 μ g/mL 汞标准使用液的配制

准确移取 A.1.3（2）中 1 μ g/mL 汞标准使用液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，加入 3mL 浓硝酸和 0.05g 重铬酸钾，用去离子水稀释至刻度，摇匀备用。

A.2 试剂的配制

A.2.1 载流的配制（体积分数为 5% 的盐酸溶液）

量取 50mL 盐酸，倒入预先加入去离子水的 1000mL 烧杯中，再用去离子水稀释至刻度，摇匀备用。

A.2.2 清洗液的配制

推荐为体积分数为 5% 的盐酸溶液，配制方法同 A.2.1。

A.2.3 100g/L 硫脲溶液的配制

称取 20.0g 硫脲，溶于 200mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀备用。

A.2.4 还原剂的配制（20g/L 硼氢化钾（或 14g/L 硼氢化钠）溶液）

称取 5g 氢氧化钾（或氢氧化钠）溶解于约 500mL 去离子水中，加入 20g 硼

氢化钾（或 14g 硼氢化钠）并使之溶解，用去离子水稀释至 1000mL，摇匀备用。

A.3 标准系列的配制

A.3.1 砷标准溶液的配制，见表 A.1：

表 A.1 砷标准溶液的配制

| 序号 | 配制标准溶液浓度/(ng/mL) | 移取 1 μ g/mL 砷标准使用液体积/mL | 加入 100g/L 硫脲溶液的体积/mL | 加入盐酸体积/mL | 定容体积/mL |
|----|------------------|-----------------------------|----------------------|-----------|---------|
| 1 | 0.00 | 0.0 | 10.0 | 5.0 | 100 |
| 2 | 1.00 | 0.1 | 10.0 | 5.0 | 100 |
| 3 | 2.00 | 0.2 | 10.0 | 5.0 | 100 |
| 4 | 4.00 | 0.4 | 10.0 | 5.0 | 100 |
| 5 | 8.00 | 0.8 | 10.0 | 5.0 | 100 |
| 6 | 10.00 | 1.0/2.0 | 10.0/20.0 | 5.0/10.0 | 100/200 |

注：浓度为 10.00 ng/mL 的标准点，如进行“重复性测试”，取“/”后数值配制；如不进行该指标的测定，则取“/”前数值配制；标准系列均用去离子水定容至刻度。

A.3.2 汞标准溶液的配制，见表 A.2：

表 A.2 汞标准溶液的配制

| 序号 | 配制标准溶液浓度/(ng/mL) | 移取 0.1 μ g/mL 汞标准使用液体积/mL | 加入盐酸体积/mL | 定容体积/mL |
|----|------------------|-------------------------------|-----------|---------|
| 1 | 0.00 | 0.0 | 5.0 | 100 |
| 2 | 0.10 | 0.1 | 5.0 | 100 |
| 3 | 0.20 | 0.2 | 5.0 | 100 |
| 4 | 0.40 | 0.4 | 5.0 | 100 |
| 5 | 0.80 | 0.8 | 5.0 | 100 |
| 6 | 1.00 | 1.0/2.0 | 5.0/10.0 | 100/200 |

注：浓度为 1.00 ng/mL 的标准点，如进行“重复性测试”，取“/”后数值配制；如不进行该指标的测定，则取“/”前数值配制；标准系列均用去离子水定容至刻度。

注意

以上砷、汞标准系列溶液浓度为本公司检验所用，客户可根据实际情况调整浓度范围。还原剂与载流浓度应根据待测元素而定，配制还原剂时先加入氢氧化钾（或钠）的目的是防止硼氢化钾分解。宜现用现配。

北京海光仪器有限公司

地址 北京市朝阳区酒仙桥东路 1 号 M3 楼
邮编 100015
电话 010-64351686 / 64356034 / 64357412 / 64359859
热线 400-010-2168 (8:30-16:30)
传真 010-64363259
配件销
售电话 010-64355613
网站 <http://www.bjhaiguang.com>
E-mail co@bjhaiguang.com