

# 原子吸收分光光度计仪器室

## 入室必读

### 警告：

- 1、 **心脏起搏器的故障。**心脏起搏器的使用者，请与装置保持 1m 以上的距离，也请不要操作装置。
- 2、 **高电压会引起触电。**在安装、更换空心阴极灯时，请一定要将灯电流设为 OFF。如果触摸空心阴极灯的插座，会有死亡或重伤的危险。
- 3、 **有毒气体引起的呼吸道炎症。**吸入有毒气体，会危害健康。如果吸入了样品所产生的蒸汽，会引起呼吸道发炎。请一定要打开通风扇，将样品所产生的蒸汽从排气管道中排出。
- 4、 **回火引起的爆炸。**如果水封里没有装入水，可能会因回火引起爆炸或因漏气引起火灾。请一定要在水封里装入水。
- 5、 **生成乙炔化合物引起的爆炸。**喷雾含有大量铜、银或者水银的样品时，有可能会生成金属乙炔化合物，并由于回火发生伴有较大声响的爆炸。请不要测量含有大量铜、银或者水银的样品。
- 6、 **使用高氯酸引起的爆炸。**使用高温燃烧器时，如果样品中含有会生成金属乙炔化合物的金属（铜、银以及水银）和高氯酸，将有可能在燃烧室内发生反应，并由于回火发生伴有较大声响的爆炸。请不要用高温燃烧器测量含有会生成金属乙炔化合物的金属和高氯酸的样品。
- 7、 **强磁场引起的手受伤。**存在被磁铁吸引夹到手的危险。请不要将螺丝刀等含铁的金属靠近磁铁。
- 8、 **强光引起的视力损伤。**空心阴极灯会产生较强的紫外线，如果长时间注视

空心阴极灯会有损坏视力的危险。请不要长时间注视空心阴极灯的光。火焰分析时从火焰中放射出强紫外线,有可能引起视力的损伤。使用主机时,请戴好保护眼镜。另外,请不要在拆掉前视窗的状态下使用主机。

- 9、 **接触高温处引起的烫伤。**熄灭燃烧器的火焰之后,燃烧器的温度也会很高。更换燃烧器时,要在熄火之后等待 10 分钟以上,确认燃烧器充分变冷后进行。高温会引起烫伤。燃烧器的前视窗以及前门内侧(燃烧部分)、燃烧器的四周在燃烧中或者熄火之后都处于高温状态。请抓住前门的把手开关燃烧器的前门。
- 10、 **因使用错误气体引起的误操作。**在本装置中不能使用氢火焰。请绝对不要将氢气与本装置相连接。
- 11、 **试剂引起的燃烧室损坏。**盐酸、氢氟酸以外的浓酸,有可能会损坏燃烧室。特别是浓硝酸、浓硫酸、王水会溶解燃烧室,所以请不要使用。
- 12、 **强磁场引起的钟表、磁卡故障。**火焰原子化器中装有磁铁。强磁场可能会引起钟表或磁卡发生故障。请不要将钟表或者磁卡靠近磁铁。
- 13、 **石墨炉起火。**■ 可能会因石墨炉内残留的水引起火灾,导致烧伤。清扫石墨炉内部时,如果石墨炉里的水分残留,加热时水分会分解,分解时产生的氢有可能引起火灾。水洒出或冷却水漏出时,请仔细擦去水分防止其残留。■ 不关闭石墨炉的盖子进行加热,会引起火灾导致烧伤。加热以及测定时,请一定要关闭石墨炉的盖子。
- 14、 **石墨炉自动进样器的进样针引起的手受伤。**■ 可能会有被进样针扎手的危险。自动进样器运转时,请不要接近进样针。

# 原子吸收分光光度计操作规程

## ——火焰操作篇

### 一、 使用前的操作

1. 检查装置是否正常。
2. 安装空心阴极灯。主机的电源为 OFF 时，用手左右转动灯转动架，把空心阴极灯安装到编号 1~8 上。
3. 供应气体。则接通空气压缩机的电源，在空气压缩机的压力达到 0.2 MPa 以后，打开空气供应阀。打开乙炔钢瓶总开关，检查气压（如果气压（一次气压）降到了 0.5 MPa，请更换新的钢瓶），调节气体的 2 次压力为 0.09 MPa。
4. 打开电源。打开 PC 以及被连接的打印机等周边设备的开关。打开原子吸收分光光度计正面右侧的电源开关。然后再启动原子吸收分光光度计软件。
5. 打开通风设备的电源。请在本机火焰开口部分附近使用 600~1200m<sup>3</sup>/hr 的风量。

### 二、 样品测定操作步骤

1. 启动软件。打开主机的电源，等待 15 秒以上之后，双击桌面上的“原子吸收分光光度计”快捷方式图标。程序初始化后，确认联机处理状况，确认流道系统是否漏水。

2. 设置测定条件。



(1) 点击左下边栏“METHOD”按钮打开方法画面。(2) 点击【测定模式】按钮打开测定模式画面，选择测定模式为[火焰]，进样方式为[手动]。(3) 点击【设定元素】

按钮 ，在周期律表中，按顺序点击要测定的元素。点击后的元素会被添加到[测定元素 - 顺序]表中。灯编号输入主机上设置的灯插座上记载的编号。(4) 设定主机条件。点击[主机

条件]按钮，设定各项参数。(5) 设定分析条件。点击[分析条件]按钮，设定各项参数。(6) 设定标准曲线表。点击[标准曲线表]按钮，设定各项参数。(7) 设定样品表。点击[样品表]按钮，设定各项参数。(8) 点击按钮设定 QC 条件。(9) 点击按钮设定报告。(10) 点击按钮确认方法。确定测定条件。(11) 点击工具栏【确定】按钮，将显示的方法保存。

### 3. 调整灯波长

点灯并调整好波长。等待 5~15 分钟时间，待灯能量稳定为止。根据监测画面调整相应测定元素的测定波长。

### 4. 冷却水

为了冷却火焰原子化器，在火焰点火即将开始之前供应冷却水。大约需要水压 35 ~ 50 kPa (约 0.35 ~ 0.5 kgf/cm<sup>2</sup>) 的范围内的不小于 0.8 L/min 的水量。将水温控制在室温的 ±5°C 的范围内。

### 5. 火焰点火

(1) 关闭火焰部分正面的门，按 2 秒左右主机的[FLAME ON/OFF]按钮。(2) 漏气确认的窗口被打开，选择[整个系统的漏气确认]，点击[确定]按钮。(3) 装置监视器栏中显示「漏气确认-气体充满中」。(4) 如果流路中充满气体，会显示出关闭总阀门的信息，关闭气体的总阀门后点击[是]。(5) 当前状态中显示[漏气确认中]，进行漏气确认。到结束为止大约需要 6 分钟左右。(6) 漏气确认结束后，如果没有异常，将显示漏气确认结束信息。点击[确定]按钮关闭信息。当前状态栏变成[Ready]状态。(7) 打开气体的总阀门，按下 (2 秒左右) 主机的[FLAME ON/OFF]按钮，进行火焰点火。点火操作必须在切实关好正面门以后再进行。如果门没有关好，则无法通过传感器点火。

## 6. 开始测定

(1) 测定准备:注入超纯水,点击工具箱中的[测定准备]  按钮。空心阴极灯不亮时,则从设定条件开始操作。注入清洗燃烧室的超纯水后等待 5 分钟。(2) 测定开始:在注入超

纯水的状态下点击工具箱的[自动调零]  按钮。也可以使用主机的[AutoZero]按钮。基线转到 0。当前状态栏显示为[Ready]时,注入 STD 样品 1,点击工具箱的[测定开始]

 按钮,也可以使用主机的[Start]按钮。如果事前设定了延迟时间的话,在注入样品后立即点击[测定开始]按钮,但是如果迟延时间设定为「0」时,则在注入样品几秒钟,确认了吸光度稳定后,再点击[测定开始]按钮。测定结束以后,当前状态栏的状态变成[Ready],显示出下一测定样品的[样品 ID]以及[样品名]。确认已经注入了超纯水,吸光度回到 0 以后,注入下一个样品,并点击[测定开始]按钮。如果 STD 样品的测定结束,标准曲线将被显示出来。未知样品的测定也同样进行。

## 7. 结束测定

设定的未知样品的测定都结束后,画面的[测定开始]按钮会变淡。此时可以追加未知样品,但通常点击工具箱中的[结束全部测定]  按钮。在结束全部测定询问对话框中点击[是],画面切换到数据处理画面,将显示测定结果。如果设定了分析结果的自动保存时,此时文件将被保存到设定的文件夹中。不继续进行其他测定时,请在注入超纯水 15 分钟左右后,按下装置的[FLAME]按钮,熄灭火焰,停止冷却水。

# 原子吸收分光光度计操作规程

## ——石墨炉操作篇

### 一、 使用前的操作

1. **检查装置是否正常。**
2. **安装空心阴极灯。**主机的电源为 OFF 时，用手左右转动灯转动架，把空心阴极灯安装到编号 1~8 上。
3. **供应气体。**打开氩气钢瓶总开关，检查气压（氩气钢瓶的 1 次压力接近 0.7 MPa（约 7 kgf/cm<sup>2</sup>）时，请进行更换），调节气体的 2 次压力为 0.5 MPa（约 5 kgf/cm<sup>2</sup>）。打开通向各气体装置的气体供应阀。
4. **安装石墨管。**(1) 捏住白色树脂部分打开石墨炉盖。(2) 检查石墨环的锥形部分（和石墨管的接触面），如果有污垢，请使用清洁用纸等打扫干净。(3) 用附带的镊子夹住石墨管。(4) 把左手边的电极操纵手柄扳到左侧，拉开电极间的缝隙。(5) 把石墨管以进样口朝上的状态放在电极之间，之后一边放回手柄一边安装石墨管并保证石墨管的两端

紧贴石墨环的锥形部分。(6) 轻轻地放回手柄。(7) 关闭石墨炉的炉盖。

5. **打开电源。**打开 PC 以及被连接的打印机等周边设备的开关。打开原子吸收分光光度计正面右侧的电源开关。然后再启动原子吸收分光光度计软件。

6. **打开通风设备的电源。**请在本机火焰开口部分附近使用 10~25m<sup>3</sup>/hr 的风量。

## 二、 样品测定操作步骤

1. **启动软件。**打开主机的电源，等待 15 秒以上之后，双击桌面上的“原子吸收分光光度计”快捷方式图标。程序初始化后，确认联机处理状况，确认流道系统是否漏水。

2. **设置测定条件。**(1) 点击左下边栏“METHOD”按钮打开方法画面。(2) 点击【测定模式】

按钮  打开测定模式画面，选择测定模式为[石墨炉]，进样方式为[自动进样器]。(3)

点击【设定元素】按钮 ，在周期律表中，按顺序点击要测定的元素。点击后的元素会被添加到[测定元素 - 顺序]表中。灯编号输入主机上设置的灯插座上记载的编号。(4)

设定主机条件。点击[主机条件]按钮 ，设定各项参数。(5) 设定分析条件。点击[分

析条件]按钮 ，设定各项参数。(6) 设定标准曲线表。点击[标准曲线表]按钮 ，

设定各项参数。(7) 设定样品表。点击[样品表]按钮 ，设定各项参数。(8) 点击自

动进样器。点击按钮 ，设定未知样品的稀释倍数，样品名，进样量等。(9) 点击按钮

 设定 QC 条件。(10) 点击按钮  设定报告。(11) 点击按钮  确认方法。

确定测定条件。点击工具栏【确定】按钮，将显示的方法保存。

## 3. 调整灯波长

点灯并调整好波长。等待 5~15 分钟时间，待灯能量稳定为止。根据监测画面调整相应测定元素的测定波长。

4. **自动进样器的资金积累。**补充清洗液，工具栏的[清洗进样针]按钮 将进行冲洗操作。调

整进样针位置，放置样品杯：配制 STD 样品以及未知样品，并将其放置到样品盘上和  
方法画面的自动进样器画面的样品杯表所对应的位置上。

5. **冷却水。**为了冷却火焰原子化器，为其供应冷却水。大约需要水压 35 ~ 150 kPa ( 约  
0.35 ~ 1.5 kgf/cm<sup>2</sup> ) 的范围内的不小于 2L/min 的水量。将水温控制在室温的±5°C的  
范围内。

6. **空烧石墨管。**在测定前用最高温度加热石墨管以清洗杂质。(1) 确认石墨炉的盖子是关  
闭着的之后，点击工具栏的[最大加热]按钮。(2) 最大加热对话框将被显示出来，输入  
加热时间后点击[确定]按钮。加热时间的设定值为 5 ~ 20 秒。

## 7. 开始测定

(1) 点击工具箱的[测定开始]  按钮，(2) 自动进样器进样后，加热程序开始运行。

## 8. 结束测定

设定的未知样品的测定都结束后，画面的[测定开始]按钮会变淡。此时可以追加未知样

品，但通常点击工具箱中的[结束全部测定]  按钮。在结束全部测定询问对话框中点  
击[是]，画面切换到数据处理画面，将显示测定结果。如果设定了分析结果的自动保存时，  
此时文件将被保存到设定的文件夹中。不继续进行其他测定时，请停止冷却水。