

科普原子荧光的知识要点

关键词 原子荧光

AFS 概念

原子荧光光谱法的英文缩写。原子蒸气吸收特定波长的光辐射的能量而被激发，受激原子在去激发过程中发射出一定波长的光辐射称为原子荧光，检测原子荧光得出分析数据的分析方法成为原子荧光光谱法。

特性

- 1.原子荧光的优点：①谱线简单；②灵敏度高，检出限低；③适用于多元素分析。
- 2.荧光强度与被测物浓度之间的关系：低浓度的原子荧光分析，荧光强度与被测物浓度之间呈简单的线性关系，浓度增加，由于谱线展宽效应、自吸、散射等影响，工作曲线出现弯曲。
- 3.原子荧光强度与激发光源强度只在一定激发光源强度范围内适用，企图通过无限制增加光源辐射强度来改善检出限是不可能的。
- 4.克服液相、气相干扰的途径：①增加 pH，加大金属微粒的溶解度；②降低硼氢化钾的浓度；③增加抗干扰试剂。
- 5.原子荧光光度计组成部分：氢化物发生器、激发光源、光学系统、原子化系统和测光系统。
- 6.光源漂移和波动的校正：一定数量样品后重新测定空白来拟合标准曲线。

各附件及名词的解读

载流：主要作用是和还原剂反应，生成初生态氢（ $H^?$ ）。

还原剂：产生初生态氢（ $H^?$ ）的主要来源。

原子化器：氢化物原子化所在位置，结构为石英炉和电炉丝。氢化物发生器产生的氢化物由载气推送到石英炉心，经点火形成氢-氢火焰，使进入的氢化物原子化。

蠕动泵：一种通过蠕动挤压硅胶管达到进样的目的进样装置。

氢化物发生器：氢化物发生（HG），提供载流及样品和还原剂反应条件的装置。由进样系统、气液分离系统、气路组成，通常把氢化物发生-原子荧光简称为 HG-AFS。

载气：推动氢化物在管路中移动的气体。

屏蔽气：作为氢-氢火焰外围的保护气，防止原子蒸气被周围空气氧化，且起到保护火焰形状稳定的作用。

原子化器高度：原子化器顶端到透镜中心水平线的垂直距离。

原子化器温度：是指石英炉芯内的温度，即预加热温度，基本上为 200°C 。

原子化温度：是指氢-氢火焰温度，大约在 780°C 。

检测器：分光检测荧光的装置，常用光电倍增管。

光漂：由于光源因素引起的检测值的漂移。

温漂：由于环境温度引起的检测值的漂移，Hg 灯特别明显。

灯电流：阴极灯的工作电流，一定范围内随着灯电流增加荧光强度增加，过大会产生自吸现象，且噪声会明显增大，寿命缩短。

元素灯：检测特定的元素使用特定的阴极灯，汞灯例外，汞灯是阳极灯。

负高压：光电倍增管两端的电压，当光电倍增管负高压在 $200\text{V} - 500\text{V}$ 之间时，光电倍增管的信号（S）与噪声（N）比是恒定的。

原子荧光检测全过程

蠕动泵样品、还原剂进样→载流进样→至一级气液分离器产生氢化物→载气推送至二级气液分离器→推送至原子化器→原子化→激发荧光→检测器检测→计算机数据处理

原子荧光光谱仪出现故障的自查程序

- 1.检查电源；
- 2.检查载气；
- 3.检查元素等；
- 4.检查蠕动泵；

- 5.检查管路；
- 6.检查原子化器；
- 7.检查软件系统。

系统故障问题

多指计算机硬件系统故障

1.故障表现：通讯失败，开机后单片机与计算机不能连接，不能进入操作软件

故障原因：仪器与计算机通信故障，计算机串口设置错，或仪器软件与计算机操作系统不兼容，或电路硬件故障，或机械故障

解决办法：检查通信线路正确设置端口，或检查仪器软件是否与计算机操作系统兼容，或检查机器电路主板（需厂家专业技术人员）

2.故障表现：仪器不能自动识别元素灯

故障原因：灯接口未接好，或灯已坏

解决办法：检查或更换元素灯，检查机器电路主板

3.故障表现：测量过程中仪器停止运行，并提示错误

故障原因：样品浓度过高，或仪器软件与计算机操作系统不兼容，或硬件坏，或元素灯坏

解决办法：稀释样品，或更换操作系统，或更换维修硬件

元素灯问题

1.故障表现：灯点不亮

解决办法：多为汞灯，汞灯开机后不会自动点亮，需要用点煤气用的放电的装置点亮或者是用海绵擦拭灯表面。

2.故障表现：光斑偏斜

解决办法：元素灯有四个螺丝固定，将调光器放置在原子化器，调节螺丝，使光斑集中在调光器中央位置。

蠕动泵问题

1.故障表现：不排液

解决办法：调节蠕动泵对硅胶管的压力，压力要适中，硅胶管一定要有卡子，否则会经常因为泵挤压硅胶管引起不排液。

2.故障表现：蠕动泵转动不停

解决办法：属系统故障，关机器，重新开启。

气液分离器问题

1.故障表现：泡沫过多

解决办法：消解不完全，有机物过多导致，可以采用继续消解的方法，同时适当降低还原剂硼氢化钾浓度，也可采用适当加入多元醇来消泡。

2.故障表现：二级气液分离器漏气

解决办法：查看管路是否接反，同时注意加水封的时候要快，加水量要稍大，一次堵住出气孔，慢慢加会被载气吹出，导致水封加不上而漏气。

检测值问题

1.故障表现：检测值很低，相对恒定，曲线各点测出值相近

解决办法：A.查看灯有没有点亮，灯没有点亮的话会出现值很低，且恒定的情况；B.查看有没有点火，没有点火也会出现类似情况；C.查看灯光斑位置是否在原子化器中央，如果偏离很多也会出现类似情况；D.查看管路是否进样，特别是用蠕动泵进样的机器，发生不进样的几率比较高；E.查看二级气液分离器水封是否加好，漏气的话，检测值也会很低，且不能检出。

2.故障表现：检测值很低，相对恒定，可以做曲线

解决办法：A.查看灯光斑位置是否在原子化器中央，如果出现偏离会出现类似情况，少量的荧光被检测器检测到是还可以做曲线的，就是值很低；B.查看环境温度，5℃以下检测值低是正常现象，提高环境温度即

可；C.预热时间，刚开机及检测，不仅值不稳定，而且值会低。

3.故障表现：空白值高

解决办法：A.查看管路是否污染，一般来说汞 40ug/L 以上，砷 100ug/L 以上会造成管路污染；B.试剂污染，自查就可以解决。

4.故障表现：空白漂移

解决办法：A.延长元素灯预热时间，环境温度低时更要延长；B.曲线重测

关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。