

原子荧光维护实例-记一次更换炉丝后运行期间核查操作

邓雄鹰

(广西河池市疾病预防控制中心, 广西 河池 547000)

摘要: 仪器在使用过程中, 会经常发生一些小故障, 尤其对一些使用年限比较久了的仪器, 故障频率可能会更加频繁, 这要求实验室技术人员在加强使用保养的同时, 也要掌握一些简单实用的维护技能, 当发生一些小故障时, 就不需要事事找售后服务, 这样既能节约支出成本, 也能锻炼提高个人技能。小编实验室有一台吉天 AFS-830 原子荧光仪使用多年, 一直保养得比较好, 主要用于食品水质中砷硒汞元素测定, 前段仪器发生一个小故障, 小编进行了一个简单更换维护, 并进行一次维修后期间核查操作。

关键词: 原子荧光仪;维护;操作

1 仪器故障维修

1.1 故障过程, 原子荧光仪正常开机, 点击“点火”键发现未能将原子化器炉丝点亮, 排查后发现是电炉丝烧断了! 查因, 这台仪器已使用多年, 长期使用后炉丝老化熔断所致。需要更换一根新的炉丝。

1.2 仪器维护前准备, 先查阅仪器的培训维修资料或视频, 理清维修更换的步骤方法, 做到心中有数。接着准备相关工具, 如螺丝刀、偏口钳、新电炉丝等, 仪器专用工具包一般都配有。



1.3 更换过程先卸下原子化器，检查发现旧炉丝已经断了！使用工具取出烧断的旧炉丝。

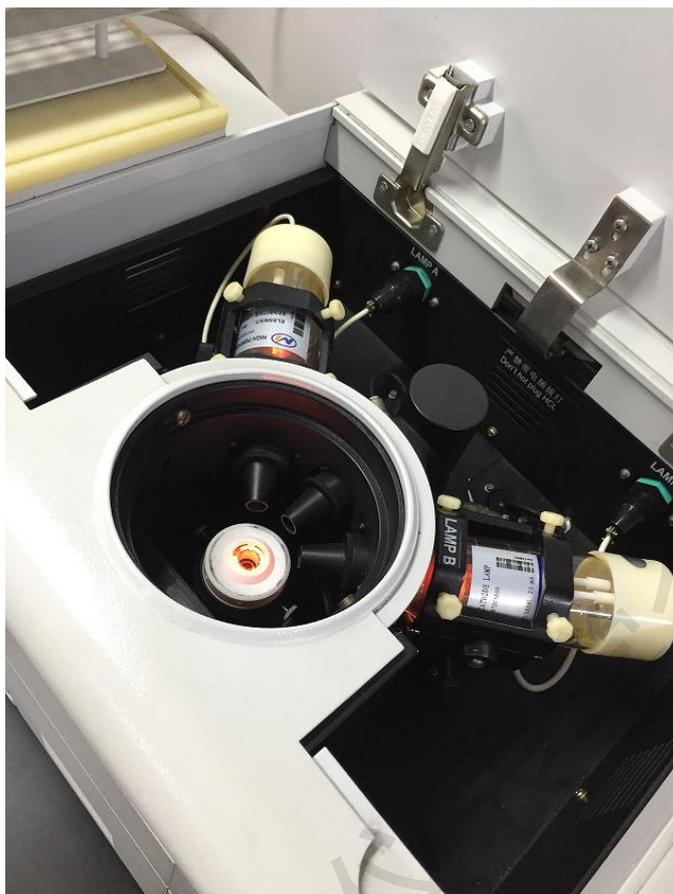


1.4 安装上一根新的炉丝，注意将炉丝套入到石英炉芯上，炉丝和炉芯要相平。最后将原子化器重新安装回原位。

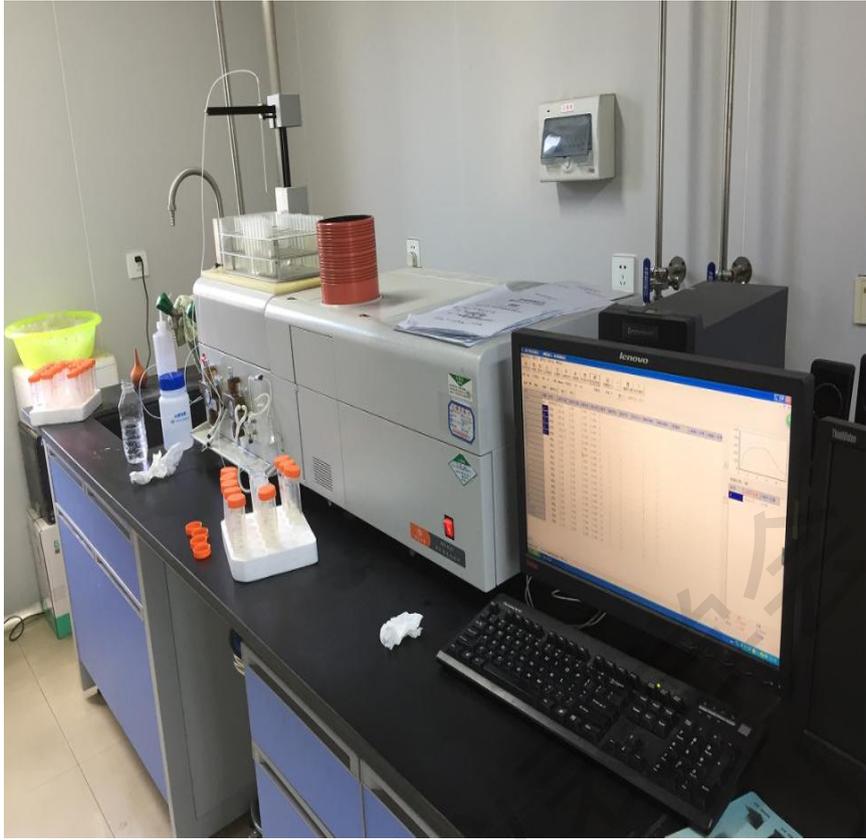


1.5 打开仪器，调整仪器光路使光斑对齐中间位置。点击“点火”炉丝正常点亮，维修完成！





1.6 配制试剂进行实验测试，实验反应过程中通过观察窗可以看见燃烧的火焰。



2 运行仪器期间核查

2.1 依据仪器期间核查作业指导书，在两次检定校准之间或者仪器维修之后，仪器的稳定性可能发生变化时，需要对仪器进行期间核查。如下图：

原子荧光光谱仪期间核查规程

1、目的：

在仪器设备两次检定校准之间，运行期间核查，验证设备是否保持校准时的状态，确保检验结果的准确性和有效性。

2、适用范围：

适用于原子荧光光谱仪设备两次检定校准期间运行中检查。

3、检查项目：

检出限、测量重复性。

4、核查依据：

JJG939-2009 原子荧光光度计检定规程。

5、具体操作：

(1) 检出限：将仪器各参数调至正常工作状态，用硼氢化钠钾作还原剂，选择系列 0.0,1.0,5.0,10.0 $\mu\text{g/L}$ 砷标准溶液，对每一个浓度点分别进行三次荧光强度重复性测定，取算术平均值后，按线性回归法计算相关系数，求出斜率 b 值。在完全相同条件下，对空白溶液连续进行 11 次荧光强度测量，求出其标准偏差 S_0 ，按公式计算仪器测砷的检出限 Q_L 。

(2) 测量重复性：将仪器各参数调至正常工作状态，在完全相同条件下，对砷标准浓度 10 $\mu\text{g/L}$ 溶液连续进行 7 次重复测量，求出其相对标准偏差 (RSD)，即为测量重复性。

6、评估方法：

检出限： $\leq 0.4\text{ng}$ 进样量为 0.5ml 时 $\leq 0.8\mu\text{g/L}$ 。

测量重复性：相对标准偏差 $\text{RSD} \leq 3\%$ 。

评估结果：符合或不符合。

7、相关记录：

《期间核查原始记录表》。

2.2 期间核查实验前准备，调试仪器至最佳状态，配制相关试剂，如下图：

仪 器 条 件	根据仪器性能调至最佳状态，仪器测试条件，光电信增管负高压：270 V；砷空心阴极灯电流：60mA；原子化器高度：8.0 mm；氩气载流：400 mL/min；屏蔽气：800 mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；延迟时间：1.0 s 读数时间：10.0 s；注入量：0.5 mL；载流：5%盐酸溶液还原剂：0.5% NaOH +2%硼氢化钾。
标 准 溶 液	标准储备溶液： $\rho(\text{GBW08611})=1000\mu\text{g/mL}$ 定值日期：2021年7月有效期：5年。 标准使用溶液：每次吸取砷标准储备液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，加 5%盐酸溶液至刻度，混匀。如此经多次稀释成每毫升含 100.0ng 砷的标准使用溶液。

标准曲线系列溶液配制，如下图：

标准曲线测定	序号	1	2	3	4	5	6	7	8	
	标准液V/mL	0	0.25	1.25	2.50	/	/	/	/	
	各加硫酸溶液(1+9) 12.5 mL, 硫脲-抗坏血酸溶液 2mL, 定容至 25.0mL, 混匀, 30min 后测定									
	浓度, $\mu\text{g/L}$	0	1.0	5.0	10.0	/	/	/	/	/
	荧光值 I	详见仪器测定记录								

2.3 仪器测试条件，如下图：

仪器条件

仪器条件 | 测量条件 | 标准空白和Test | 稀释选项

光电倍增管负高压(200-500V) 270

A道灯电流(0-150mA) 总电流 60 辅阴极 30

B道灯电流(0-150mA) 总电流 0 辅阴极 0

载气流里(300-1000mL/min) 300

屏蔽气流里(500-1200mL/min) 800

原子化器高度(0-20mm) 8

注入量(0.5-1.5mL) 0.5

确定(O) 取消(C) 应用(A)

仪器条件

仪器条件 | 测量条件 | 标准空白和Test | 稀释选项

测量方法 Statistics

读数方式 Peak Area

样品空白计算方法 浓度

读数时间(1-20s) 10

延迟时间(0.5-10s) 1

重复次数(1-10) 1

有效测量次数 1

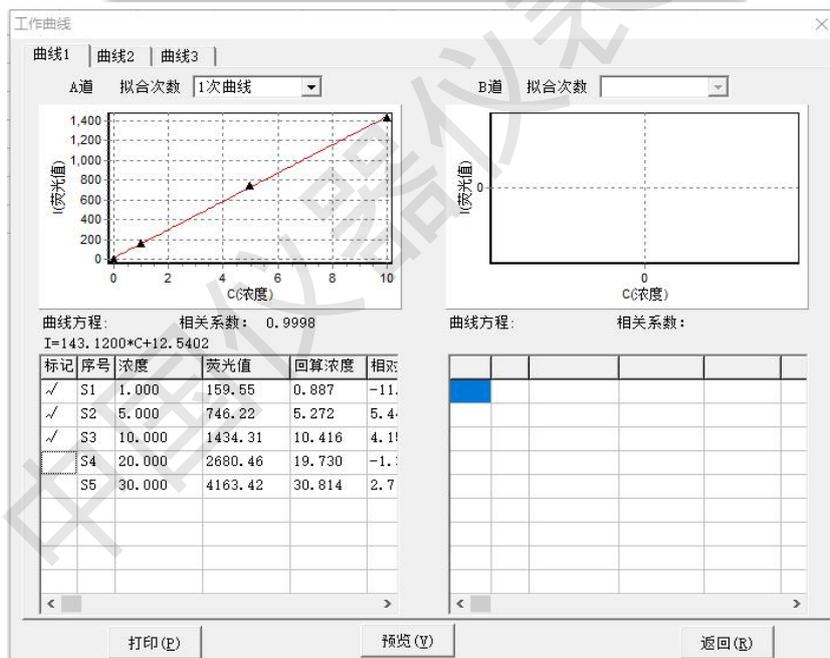
A道标准溶液单位 $\mu\text{g/L}$ (ppb, ng/mL)

B道标准溶液单位 $\mu\text{g/L}$ (ppb, ng/mL)

超出范围自动清洗

确定(O) 取消(C) 应用(A)

期间核查测试结果，如下图



测量方式采用“Statistic”仪器自动进行检出限（DL）和测量重复性（RSD）测试并计算出结果，如下图：

AFS-830 原子荧光光度计检测报告
检出限(DL)

2021年01月18日

仪器：双道原子荧光光度计检测报告（北京吉天仪器有限公司）			
A道元素		B道元素	
As		None	
序号	检测值	序号	检测值
Blank1	-2.01	Blank1	
Blank2	-1.62	Blank2	
Blank3	-1.06	Blank3	
Blank4	-2.06	Blank4	
Blank5	-1.74	Blank5	
Blank6	-1.52	Blank6	
Blank7	-1.22	Blank7	
Blank8	-1.34	Blank8	
Blank9	-2.03	Blank9	
Blank10	-2.26	Blank10	
Blank11	-2.63	Blank11	
标准偏差	0.4753	标准偏差	
S1	159.55	S1	
S2	746.22	S2	
S3	1434.31	S3	
S4	2680.46	S4	
S5	4163.42	S5	
S6		S6	
S7		S7	
S8		S8	
S9		S9	
相关系数	0.9998	相关系数	
检出限	0.0104 μg/L	检出限	

AFS-830 原子荧光光度计检测报告

相对标准偏差(RSD)

2021年01月18日

仪器: 双道原子荧光光度计检测报告(北京吉天仪器有限公司)			
A道元素		B道元素	
As		None	
序号	检测值	序号	检测值
1	1357.21	1	
2	1333.33	2	
3	1344.03	3	
4	1322.20	4	
5	1358.11	5	
6	1344.74	6	
7	1334.16	7	
8	1296.50	8	
9	1372.78	9	
10	1305.28	10	
11	1354.33	11	
溶液浓度	10.000 $\mu\text{g/L}$	溶液浓度	
平均值	1338.43	平均值	
标准偏差	23.2567	标准偏差	
相对标准偏差	1.74%	相对标准偏差	

2.4 期间核查运行完成,判断核查结果符合要求,汇总原始记录形成核查报告,存档,备查,如下图:

期间核查报告

核查编号：核 2021002

被核物名称：AFS-830 原子荧光光度计
标准物名称：砷
核查依据：JJG 939-2009 《原子荧光光度计检定规程》
核查指标：检出限、测量重复性
核查地点：原子荧光检测室

被核物编号：
标准物编号：GBW08611
核查时间：2021.01.18~2021.01.18
环境条件：温度 25℃ 湿度 50%RH

检验项目及结果：

核查项目		核查结果	结果判定
核查指标	砷	检出限	0.0104
		测量重复性	1.74
结果评价及处理意见	仪器检出限 $\leq 0.8 \mu\text{g/L}$ ，测量重复性 $\text{RSD} \leq 3\%$ ，原子荧光光度计处于正常状态，能够满足日常检测工作要求。		

3 讨论

3.1 仪器故障维修后一般要求进行一次期间核查，以确认仪器经过维修后是否仍处于正常状态。

3.2 使用仪器的“Statistite”测量方式进行期间核查测试简单方便，仪器能够自动计算给出检出限和相对标准偏差。

3.3 运行完期间核查，需要汇总整理实验原始记录，最好能够形成一份期间核查报告，存档，备查。