

文章编号: 0254-5357(2010)02-0196-03

Thermo 6300 型电感耦合等离子体发射光谱仪常见故障及排除方法

赵庆令, 李清彩
(山东省鲁南地质工程勘察院, 山东 兖州 272100)

摘要: 详细介绍了美国 Thermo 仪器公司生产的 Thermo 6300 型电感耦合等离子体发射光谱仪在使用过程中不能“引燃”、容易“熄火”、数据稳定性差等常见故障及排除方法, 以及其辅助设备的维护维修实例。
关键词: 电感耦合等离子体发射光谱仪; 故障; 排除方法
中图分类号: TH744.1 **文献标识码:** B

Trouble-shooting for Common Faults in Thermo 6300 Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer

ZHAO Qing-ling, LI Qing-cai
(Lunan Geo-engineering Exploration Institute of Shandong Province, Yanzhou 272100, China)

Abstract: This paper describes common faults occurred in Thermo 6300 inductively coupled plasma-atomic emission spectrometer running, such as difficult to “ignite”, easy to “turn off” and poor data stability. Some troubleshooting examples for instrument and auxiliary equipments were also demonstrated.
Key words: inductively coupled plasma-atomic emission spectrometer (ICP-AES); fault; troubleshooting

Thermo 6300 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-AES) 是美国 Thermo 仪器公司研发的一种自动化无机元素分析仪器, 具有精密度好、准确性高、检出限低、基体效应小、线性动态范围宽、分析速度快和操作方便等特点, 目前已经广泛应用于地质、冶金、环保、电子、食品、医药等领域^[1-3]。仪器在长时间使用过程中, 会产生一些常见故障, 本文就此作一些探讨。

1 故障现象与排除方法

1.1 仪器测定的精密度差

开机后, 仪器最佳化正常, 主机硬件一切正常, 但在长时间使用过程中, 检测数值缓慢漂移或者平行样间的精密度差。

- (1) 仪器开机后光室温度未完全稳定。Thermo 6300 型 ICP-AES 仪的光室温度须稳定在 $(38 \pm 0.1)^\circ\text{C}$, 若仪器温度未稳定在该区间, 光室内光学元件由于受明显的温度影响, 各光学元件间的相对位移产生变化, 致使待分析谱线位置漂移和分析数据失真^[4]。因此仪器主机应充分预热, 在光室温度稳定在 $(38 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 进行测定。
- (2) 仪器长时间进行检测工作, 管路内记忆效应累积。为了防止仪器记忆效应累积影响检测准确性, 可以将

- $\varphi = 5\%$ (体积分数, 下同) 的王水和试样一起交替进样, 即在一个试样检测后用 5% 的王水替代样品进行管路冲洗, 并且尽量延长空白冲洗时间。
- (3) RF 功率不稳。假如 RF 功率有 0.1% 的漂移, 发射强度就能产生超过 1% 的变化^[5], 其主要由氩气不纯或循环水温度突然变化造成 (可以用氩线的稳定性来检查)。
- (4) 蠕动泵管泵夹松动, 致使进样不均匀。设置雾化器压力为“一般”, 蠕动泵转速为“0”, 调节泵夹压力使进样管内液面恰好停止, 再使泵管压力稍过量即可。
- (5) 仪器长时间进行检测工作, 蠕动泵管弹性变差。蠕动泵泵管的经常挤压部位颜色变暗时, 蠕动泵管则需更换, 借助细纱布捏住聚四氟乙烯管缓慢插进泵管中, 若聚四氟乙烯管不小心被折弯, 应将折弯处剪掉 (折弯处会减缓进样流量, 严重时会造成堵塞), 重新安装。蠕动泵要定期滴加润滑油, 可以减缓蠕动泵管和塑料转子的磨损。
- (6) 连续测定高盐分样品溶液, 雾化器喷口处出现盐析现象。由于雾化器毛细管出液口处是低压区, 液体急剧膨胀形成气溶胶, 此出液口处的温度也低于室温, 测定高盐分溶液时, 容易致使部分溶解度不高或溶解度受温度影响大的盐分结晶析出而轻微堵塞毛细管。可以将同心雾化器小心拆下, 将雾化器放进 5% 的王水中喷雾 1 min 即可清除

收稿日期: 2009-06-23; 修订日期: 2009-11-16
作者简介: 赵庆令 (1983-), 男, 山东单县人, 工程师, 从事仪器分析研究工作。E-mail: zqlzb@126.com。

析出的盐分。另外,加大高盐分样液的稀释比或给雾化器增加氩气增湿器装置可不同程度减缓盐析现象的出现。

(7) 分析谱线的选择不合适。多数情况下靠近 CID 边缘 20 个像素的谱线强度通常较低^[6],尽管有些谱线没有光谱干扰,但还是很少采用。此外还有位于紫外波长短的元素谱线(如 P 177.495 nm),也很少采用^[3]。

(8) 谱线积分时间过短。以 CID 检测器测定的各谱线强度是以每秒计数的比率计算,因此过短的积分时间必然影响数据精密性;但增加积分时间,不会增加信号的强度,可以获得更加稳定的读数,改善精密性与检出限^[6]。对批量试样测试,太长的积分时间将影响分析速度。

(9) 排风量不稳定,致使“火焰”跳跃。例如,排风口与阵风方向相对,快速开关实验室推拉门,容易致使排风量忽大忽小。

(10) 电感耦合等离子体发射光谱实验室距离振源(如火车道)、强磁场(如火花发射光谱仪)较近。

1.2 出现非空白数据

开机后,仪器最佳化正常,主机硬件一切正常,但在使用过程中,信号强度缓慢降低或突然降低为空白强度。

(1) 仪器长时间进行检测工作,中心管被气溶胶析出的盐分堵塞。中心管被堵塞后,可观察到旋流雾室内雾汽量明显增多,旋流雾室壁有不少正在下滑的水珠,排放量也比正常情况下增多。轻微的中心管污染可以采用 50% 的王水反复进样冲洗。如果没有较大改善,必须按照仪器说明书拆卸雾化装置,前者将中心管和同心炬管使用 50% 的 HNO₃ 加热浸泡清除盐分,再用去离子水清洗,吹风机自然风吹干。同心炬管长时间使用时,顶端会出现棕褐色物质,很难用 50% 的 HNO₃ 浸泡的方法除去(借助高氯酸+王水微沸浸泡效果也不明显),此时应更换同心炬管。

(2) 仪器长时间进行检测工作,雾化器被堵塞。由于雾化器的环形间隙仅为 10~35 μm(作气体出口)^[7],如果环形间隙被堵塞,那么雾化器将很难被挽救,因此选用氩气减压阀时最好带有过滤网装置(如青岛华青仪表)。平常遇到的大多是雾化器的中心管被堵塞,堵塞必须用最轻柔的力来处理,因为石英雾化器的中心管非常脆弱,喷嘴处任何一个最小的碎屑都会损坏雾化器性能。首先要确定堵塞雾化器位置所在,借助头发从雾化器喷雾口部向外推脏物(若毛细管中存有水,推脏物会更容易些)。作者用此法成功处理了近 10 次中心管堵塞。

1.3 测试数据出现偏高

测试数据出现偏高的原因往往是由于样品处理环节带来污染造成的。① 使用普通比色管定容后隔夜测定溶液中 Zn 元素,往往会偏高,因为玻璃中就有一定含量的 Zn,长时间放置会被酸溶液浸取出来;② 样品消解时,使用了镀铜的坩埚钳,会导致 Cu、Sn 含量偏高,因为坩埚钳表面镀层的主要成分是 Cu 和 Sn,应借助聚四氟乙烯材料包裹处理后才可使用;③ 样品制备所使用的水或试剂不合格,待测元素含量偏高。

1.4 测试数据存储缓慢

SQL 数据库存储的数据超过 10000 件时,在曝光结束后向数据库存储数据时需要停止一短时间才完成。按照仪器说明书新建空白数据库即可解决该问题^[8]。

1.5 “点火”困难

对于控制正常的仪器,需要“点燃”等离子体才能开始分析工作,不能正常“点火”是 ICP-AES 仪最常见的故障。

形成稳定的等离子体必须满足 3 个条件^[9-10]:① RF 系统向工作线圈输出稳定、持续、适宜的能量。② 炬管洁净,并通有纯净且流量适宜的氩气。③ 点火装置向气体中释放适当的电荷。如果其中一个或多个条件没有被满足,则仪器不能正常“点火”。

(1) 氩气不纯或输出压力不准确。氩气有两种储存形态:压缩氩气和液氩。压缩氩气通常含有氧,而液氩通常含有氮,劣质氩气的症状是不能点燃等离子体,在炬箱里有时会听到“噼噼啪啪”的打火声音。测试是否是氩气问题的措施就是更换氩气。有时供给仪器的氩气有可能是错误的气体,可以更换不同批次的氩气或者更换供应商。

(2) 氩气输出压强过高或过低。供给仪器的氩气压强要控制在大约 0.62 MPa。过低的压强不能形成足够纯净的氩气气氛;尽管过高的压强很容易形成足够纯净的氩气气氛,但会造成冷凝气和辅助气流量过大,容易稀释引燃时电火花所电离的离子浓度。所以要注意调节氩气输出。

(3) 同心炬管或旋流雾室中有积水。发现积水存在时,可延长氩气吹扫时间,若仍不能“引燃”等离子体,应小心拆卸下同心炬管或雾室借助吹风机的自然风吹干,重新安装后即可正常“引燃”。

(4) 实验室环境湿度大。若延长氩气吹扫时间仍不能“引燃”等离子体,应想办法降低实验室环境湿度。

(5) 雾化系统漏气。空气泄漏进入炬管中,空气将稀释或污染炬管中的氩气气氛并阻止氩电离形成等离子体。如果泄露量很少,炬焰可以点燃,但会熄灭。若雾室存在漏气问题,过量的空气将立即进入炬管中,并造成熄火。验证的办法就是通过移走雾室并用胶带封住炬管底部,来尝试能否“点燃”等离子体。空气泄漏的主要部位还包括 O 形圈、炬管周围、中心管、雾室与中心管连接件的末端、排液管等等,其他的 O 形圈也要做简单的检查,如是否有滑脱、隆起、收缩、破损、等现象。

(6) 点火头位置偏远。正常点火时,首先会听到“嗒、嗒、嗒”的点火头放电声音,紧接着“砰”的一声,等离子体被“引燃”。若听不到“嗒、嗒、嗒”的点火头放电声音,首先确认氩气输出压强是否大约为 0.62 MPa,若输出压强没问题,再确认点火头的位置是否合适(如图 1 所示),使点火头距离石英炬管的外表面 1.5~1.6 mm。

1.6 突然“灭火”

虽然等离子体“点燃”后又突然熄灭也是不正常的,但

相对不能点燃的故障,往往是一些小问题。灭火原因有两种:等离子体本身不能维持和仪器认为有危险而关闭等离子体。



图1 Thermo 6300 型号 ICP - AES 仪器等离子体屏蔽箱内部结构
Fig.1 The internal structural drawing of plasma shielded cell
of Thermo 6300 ICP-AES

(1) 等离子体不能维持

① 低功率与高负载(有机溶液、高盐溶液)都易导致灭火,增大 RF 功率和使用低盐类样品(如蒸馏水)可帮助判断是否存在以上可能;② 不良的调谐有时也会导致灭火(更会使数据稳定性差);③ 排风流量或水循环流量在维持等离子体工作的临界值附近;④ 进样系统有突然漏气或突然堵塞;⑤ 当氩气更换至另一瓶时,遇到劣质氩气;⑥ 当软件分析界面中激活打开的分析方法多,尤其是分析较多元素的方法时,也容易出现等离子体自动熄灭现象。

(2) 保护性灭火

等离子体的保护分为对高压的保护和对高频的保护,熄火时往往会有提示信息。另外,观察灭火时间,这有助于判断灭火原因。

1.7 “点燃”等离子体后,不能进行光谱仪最佳化

原因:炬管虽被点燃但没有监测到,计算机假设等离子体熄灭或者根本就没有点燃。检查并清洗光纤检测器,光纤检测器位于等离子体屏蔽箱里面(如图1所示),可以用酒精棉球(或其他中性有机溶剂)进行清洗。如问题依然存在,则需要更换光纤检测器。

1.8 辅机故障

1.8.1 电源稳压器自动断电

现象:电源稳压器突然停止工作,并发出报警提示,外壳温度 40 ~ 50℃,但未发现打火及灼烧异味等现象,重新启动稳压器,有正常的电压和电流输出,但散热风扇不转动。原因:电源稳压器散热窗太靠近实验室墙壁,致使散热不通畅。更换散热风扇后,电源稳压器正常工作。

1.8.2 循环水机制冷效果差

现象:“点燃”等离子体后,RF 发生器温度很快上升到 30℃(Thermo 6300 型 ICP - AES 仪 RF 发生器温度临界值为 30℃),等离子体自动熄灭。降低循环水水温并增大循环水流量,冷凝效果并不明显。原因:长时间使用过程中,循环水中的悬浮物堵塞循环管道。应更换循环水机内污水,清除水循环管道内的黏附物。开通氩气并吹扫主机 15 min 后,反接主机的水循环进水管和出水管,打开水循环工作 2 min 后关掉水循环电源(保证氩气有吹扫主机),借助橡胶软管将水循环仪器里的废水虹吸至废水容器中,并补加新鲜纯化水至红色液面标志处。再反复上述操作 3 次,将主机循环水进水管和出水管正接,“点燃”等离子体运行一段时间,RF 发生器温度可以稳定在 25℃,故障排除,再循环水中补加适量乙二醇(防腐)。

2 结语

Thermo 6300 型电感耦合等离子体发射光谱仪是集机、电、光及计算机于一体的大型精密分析仪器,在长时间使用过程中,仪器或多或少都会出现一些小故障,仪器操作者要提高自身素质,加强仪器使用维护。在仪器出故障后能够查阅相关资料,根据具体情况进行分析找出原因,排除故障。

3 参考文献

- [1] 何晋浙. ICP - AES 法在元素分析测试中的应用技术[J]. 浙江工业大学学报, 2006, 34(1): 539 - 541.
- [2] 齐文启, 孙宗光. 等离子发射光谱仪的发展及其在环境监测中的应用[J]. 现代科学仪器, 1998(6): 32 - 35.
- [3] 符廷发. 等离子体 - OES 技术与应用新进展[C] // 周金生. 地质实验工作 50 周年文集. 北京: 地质出版社, 2003: 384 - 388.
- [4] 钟汉鹏, 汪静玲. 谈谈 ICP - AES 的使用、维护保养[J]. 光谱实验室, 1997, 14(6): 68 - 70.
- [5] SID 技术服务部. IRIS 系列等离子体光谱仪常见故障的诊断与排除[J/OL]. Thermo 客户通讯, 2007(8): 22 - 24.
- [6] 叶家瑜, 江宝林. 区域地球化学勘查样品分析方法[M]. 北京: 地质出版社, 2004: 226.
- [7] 夏玉宇. 化验员实用手册(第二版)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 777.
- [8] 美国 Thermo 公司. iTEVA 软件用户手册[Z] // ICAP 6000 Series 仪器资料. 2007: 73 - 77.
- [9] SID 技术服务部. IRIS - 等离子体光谱仪的日常维护[J/OL]. Thermo 客户通讯, 2006(7): 14 - 16.
- [10] 吴桐开. IRIS - 等离子体光谱仪点火故障分析[J]. 光谱实验室, 2007, 24(2): 185 - 187.