

AANALYST 700/800 原子吸收光谱仪

简明操作手册

(WINLAB32)

张扬祖编

PerkinElmer, Shanghai

2004年3月

目 录

1. 火焰部分

- 1.1 开机
- 1.2 建立方法
- 1.3 装灯与点灯
- 1.4 点火
- 1.5 优化仪器条件
- 1.6 样品测定
- 1.7 熄火与关机

2. 石墨炉部分

- 2.1 开机
- 2.2 建立方法
- 2.3 更换石墨管及石墨管的老化处理
- 2.4 调节自动进样器位置
- 2.5 样品测定
- 2.6 关机

3. 数据处理

- 3.1 出报告
- 3.2 文件删除

1. 火焰部分

1.1 开机 确认仪器主机和计算机已经接入到合适的电源,按照下列步骤开机:

1.1.1 开空气压缩机(将空气压缩机电源插头插入 220 伏电源插座上);

连接到 AAS 上的乙炔气的压力: 0.09-0.1 MPa, 纯度不低于 99.6%。总表压力低于 0.6 MPa 必须更换新的乙炔气瓶。

空气压缩机的压力 0.45-0.5 MPa。

氮气的压力 0.35-0.4 MPa, 纯度不低于 99.996%。

笑气的压力 0.45-0.5 MPa, 纯度不低于 99%。

1.1.2 打开氩气钢瓶阀门,使其次级压力在 350kpa;

1.1.3 开计算机显示屏和计算机主机开关,使其进入到 WINDOWS 2000 或 WINDOWS XP 界面;

1.1.4 待空气压力达到 500kpa 后,即可打开光谱仪主机开关;此时仪器对石墨炉自动进样器等进行自检;

1.1.5 待上述自检动作完成,听到两声清晰的“突”,“突”声后,用鼠标器点击 AAWI NLAB32 快捷图标或通过链接式菜单命令进入(Start—Programm—Winlab32—Winlab32 Analyst),这时光谱仪对光栅,马达等机械部件进行自检,同时计算机屏幕上出现如下画面图 1:

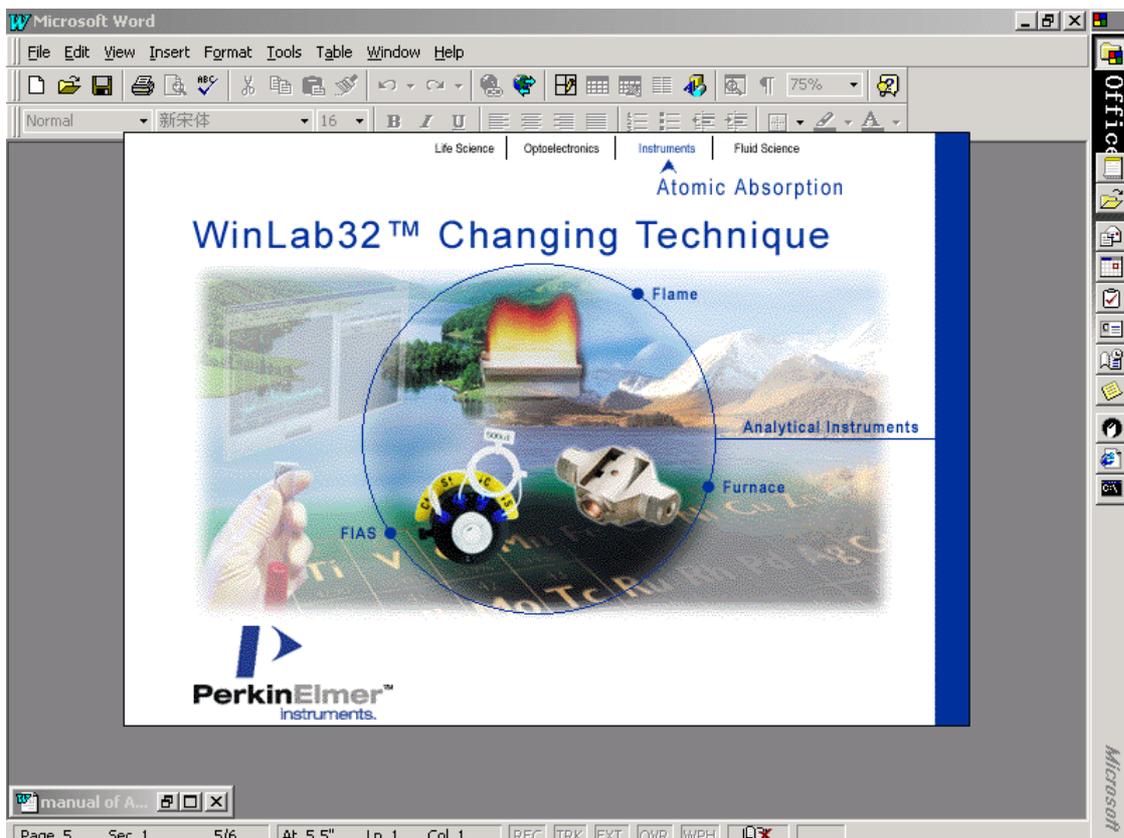


图 1. WINLAB32 原子吸收操作启动画面

1.1.6 稍过片刻,画面自动变成如图 2 所示;

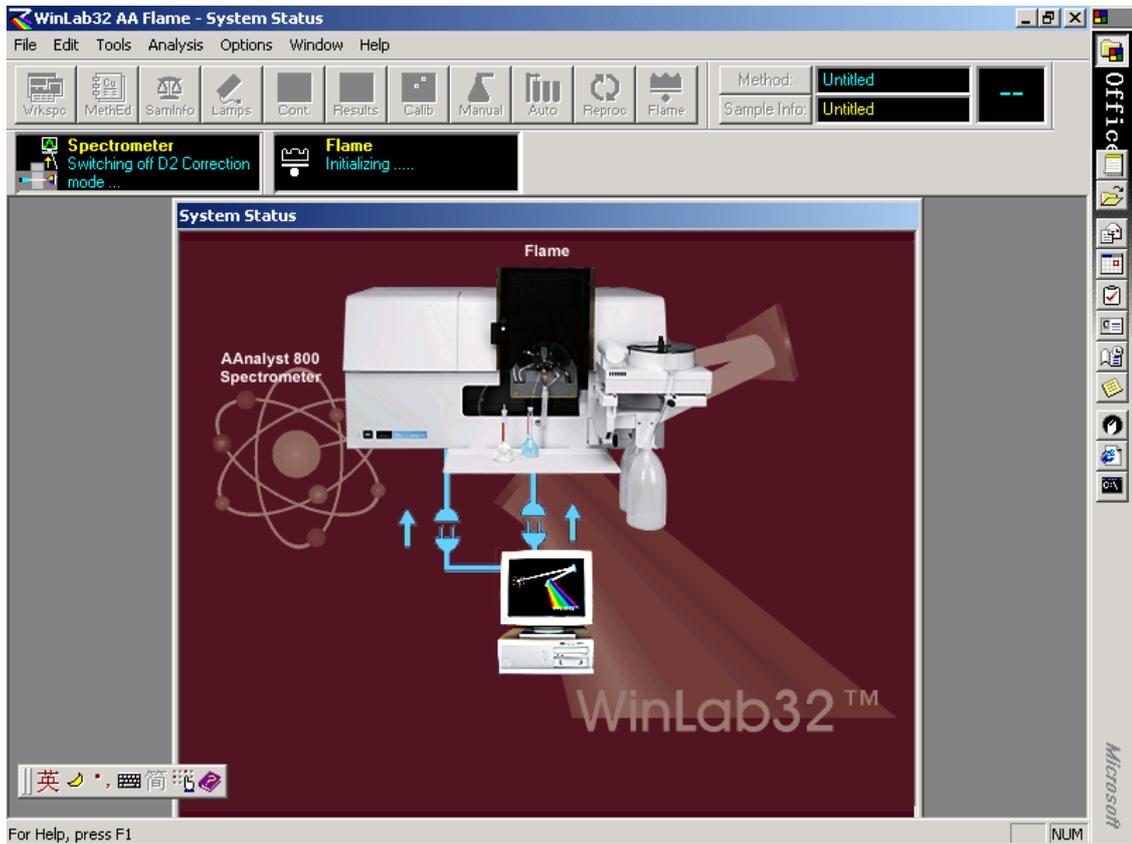


图 2. Aanalyst700/800 仪器自检画面

画面中代表两个通讯状况的接头接上,同时颜色变绿,此时表明仪器通过自检,可以进入到正常使用状态,画面显示如图 3.

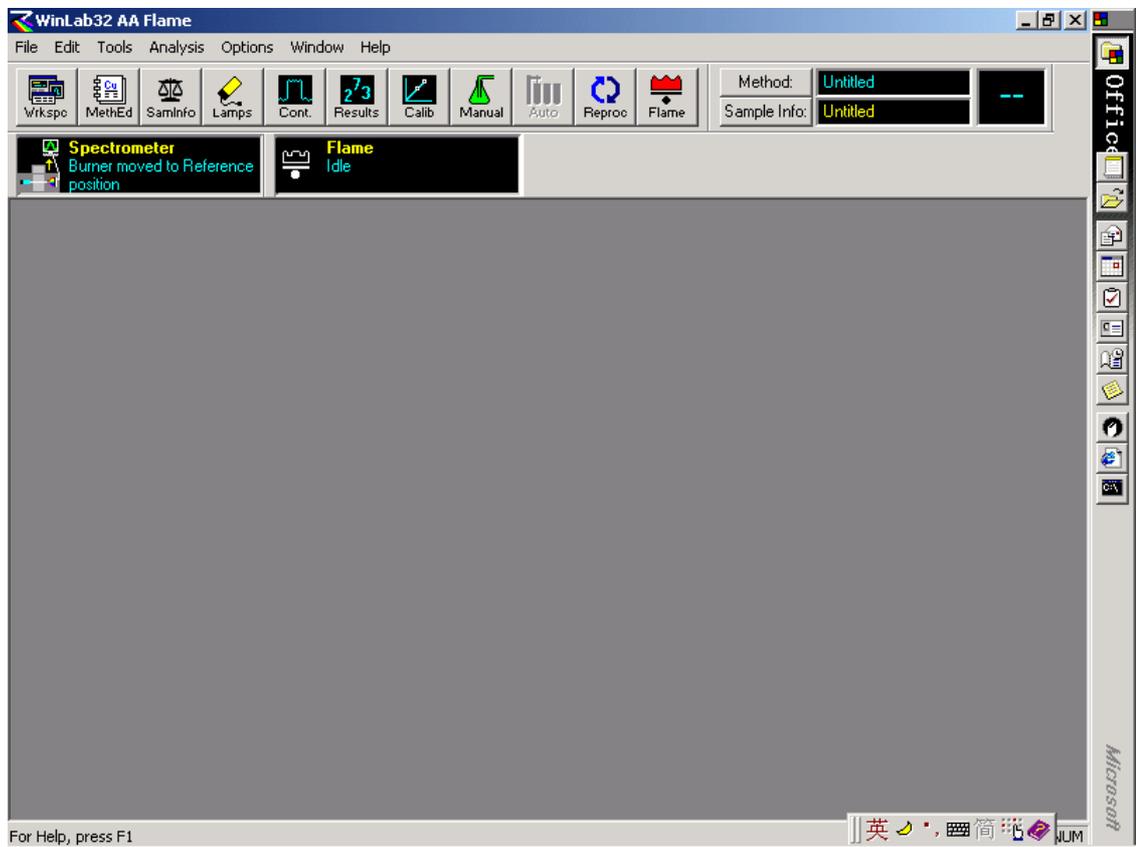


图 3. AA 仪器 32 位应用软件操作界面(火焰)

1.2 建立方法

1.2.1 用鼠标器点击下拉式菜单 File→New→Method, 此时屏幕上出现画面如图 4 所示:

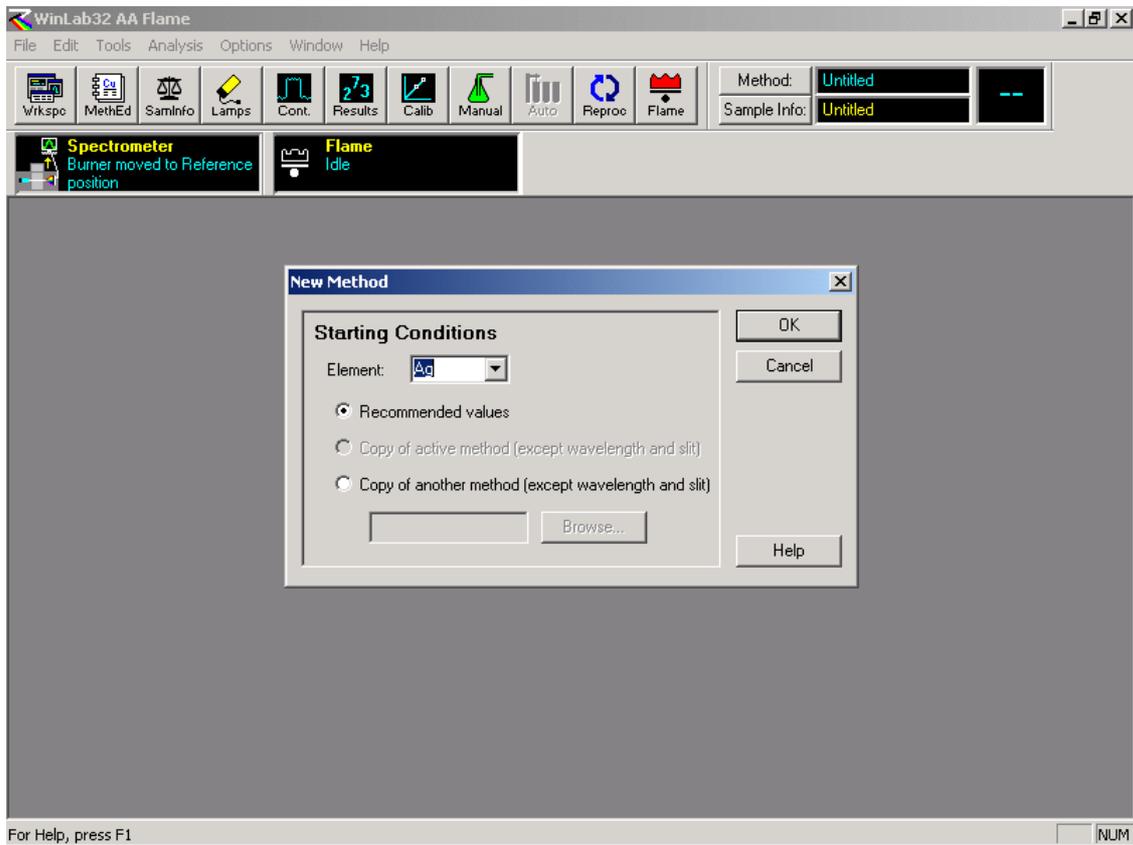


图 4. 方法建立开始条件选择

1.2.2 用下列两种方法之一选择欲建立方法的元素: 1. 用鼠标器点击“Element”右边的箭头, 再直
接单击下拉式元素列表中的任何一个元素; 2. 在保持元素被涂蓝的情况下, 输入目标元素的第一个
字母, 此时凡是以该字母打头的元素都排列在前面, 图 5 显示的是以 C 为第一字母的元素排列:

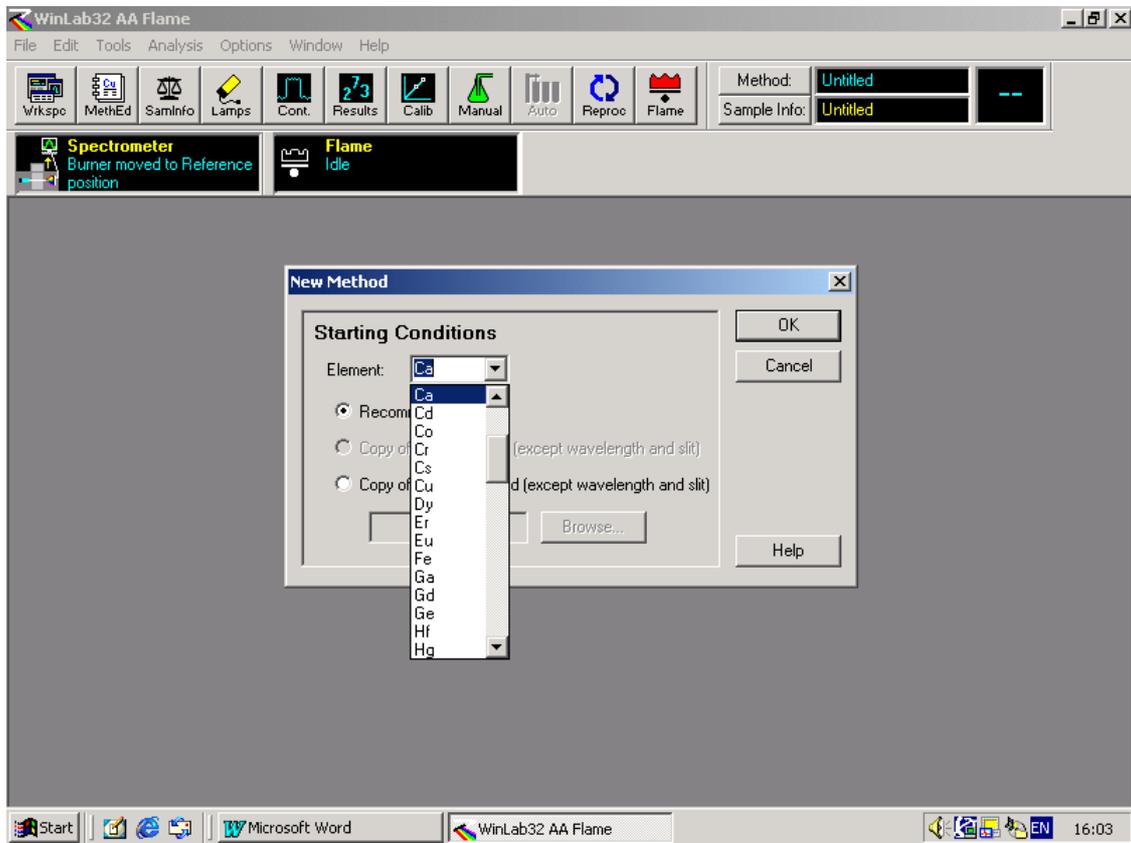


图 5. 方法建立中的元素选择

1.2.3 如若建立铜元素的测量方法,可用鼠标器点击元素符号“Cu”,此时出现画面如图 6 所示:

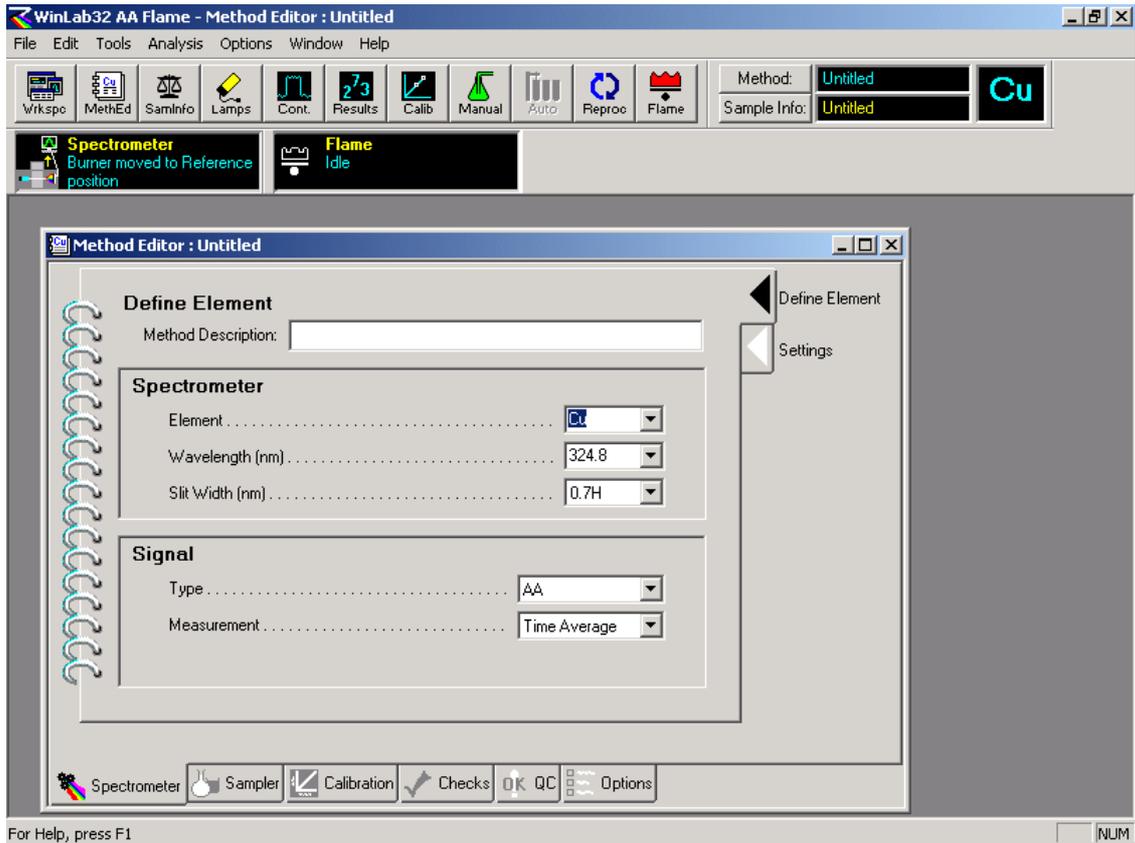


图 6. 方法建立中光谱仪参数输入页面之一

1.2.4 根据样品浓度及样品基体的组成复杂程度选择或设定波长,狭缝,信号测定类型,在进行火焰法原子吸收光谱测定时,测量方式总是”时间平均”. 如果需要了解仪器的详细性能及测定时要注意的事项,可用鼠标器点击“Tools”菜单中的“Recommended conditions”命令,此时屏幕上将会出现画面如图 7:

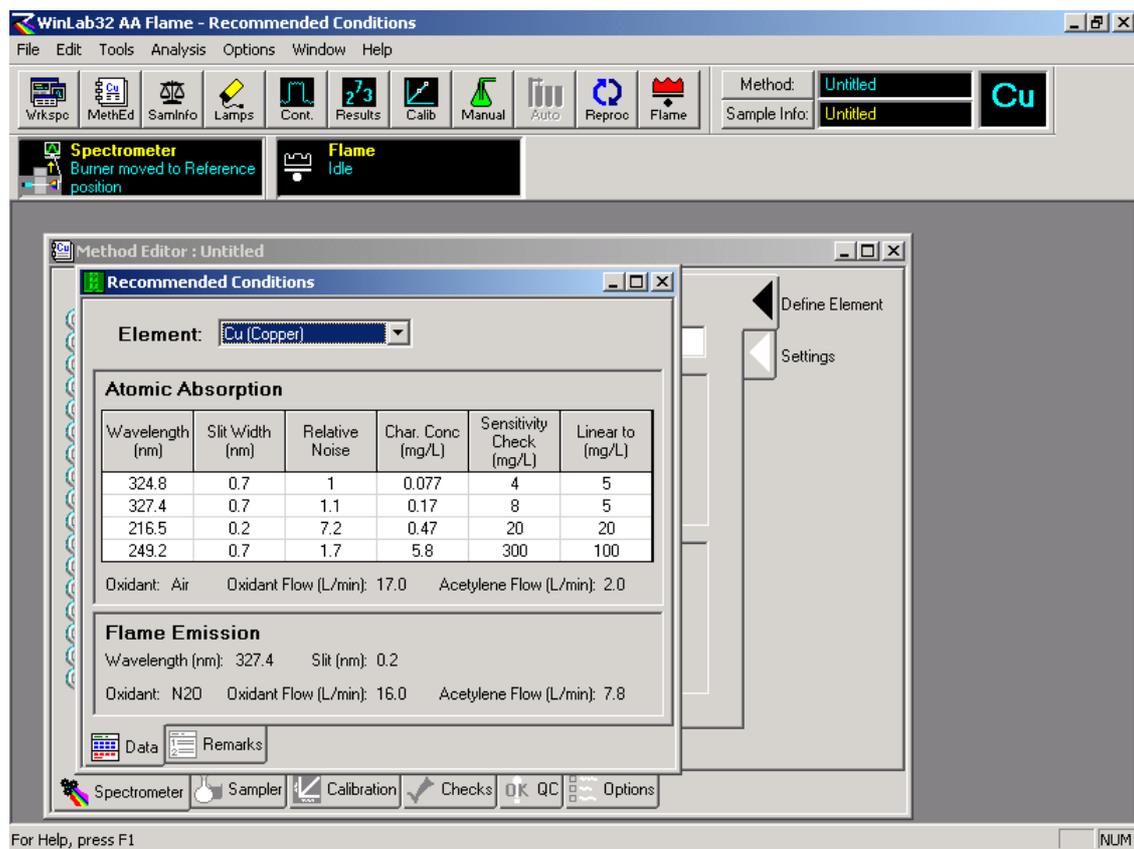


图 7. 元素推荐条件

1.2.5 在“Define Element”分页面中各项目的参数选定或设定完毕后,用鼠标器点击方法编辑画面右上方的“Setting”,软件进入到测量时间和灯参数设定画面,见图 8:

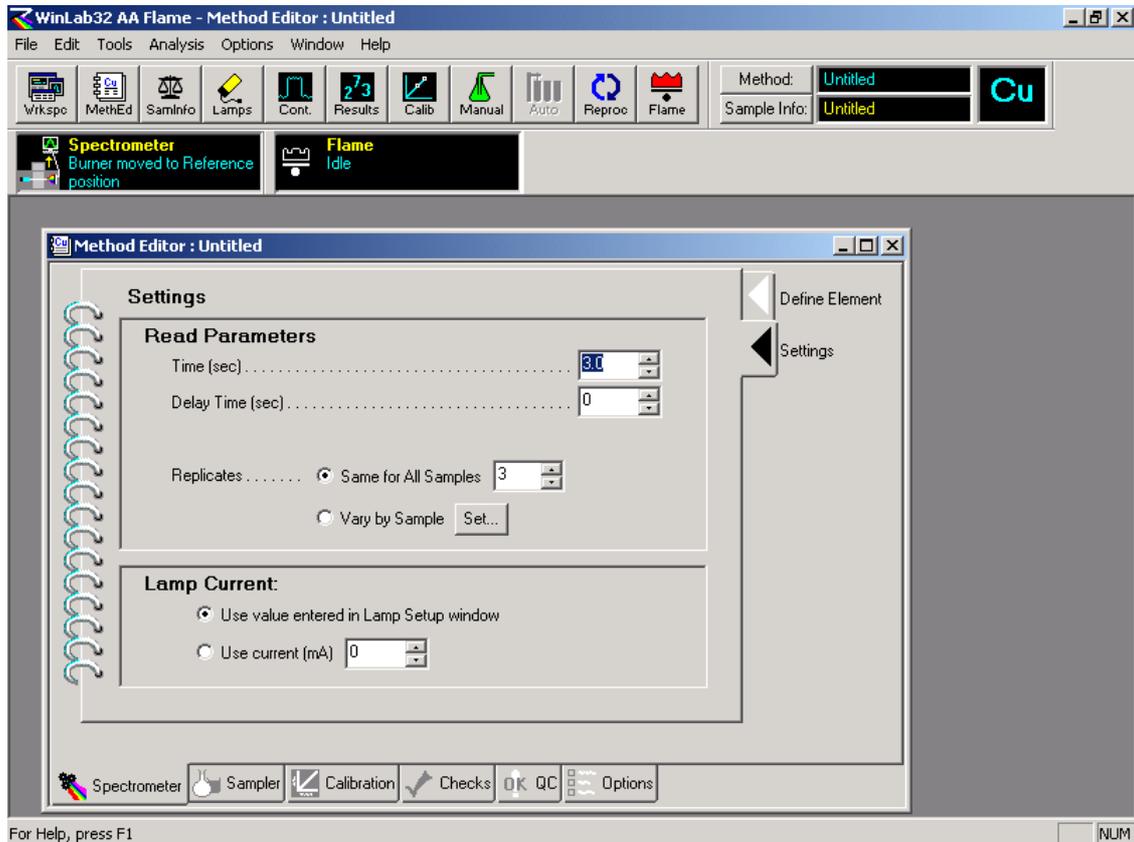


图 8. 读数及灯电流输入页面

1.2.6 读数时间的设定主要考虑两个因素: 噪声大小和样品量, 典型的读数时间可设定为 3-5 秒; 读数延迟时间一般为 2-3 秒; 灯电流以选择“灯设定窗口值”为好, 特殊情况下也可选择“使用确定的灯电流值”. 下一步进入到“Sample”页面如下图 9:

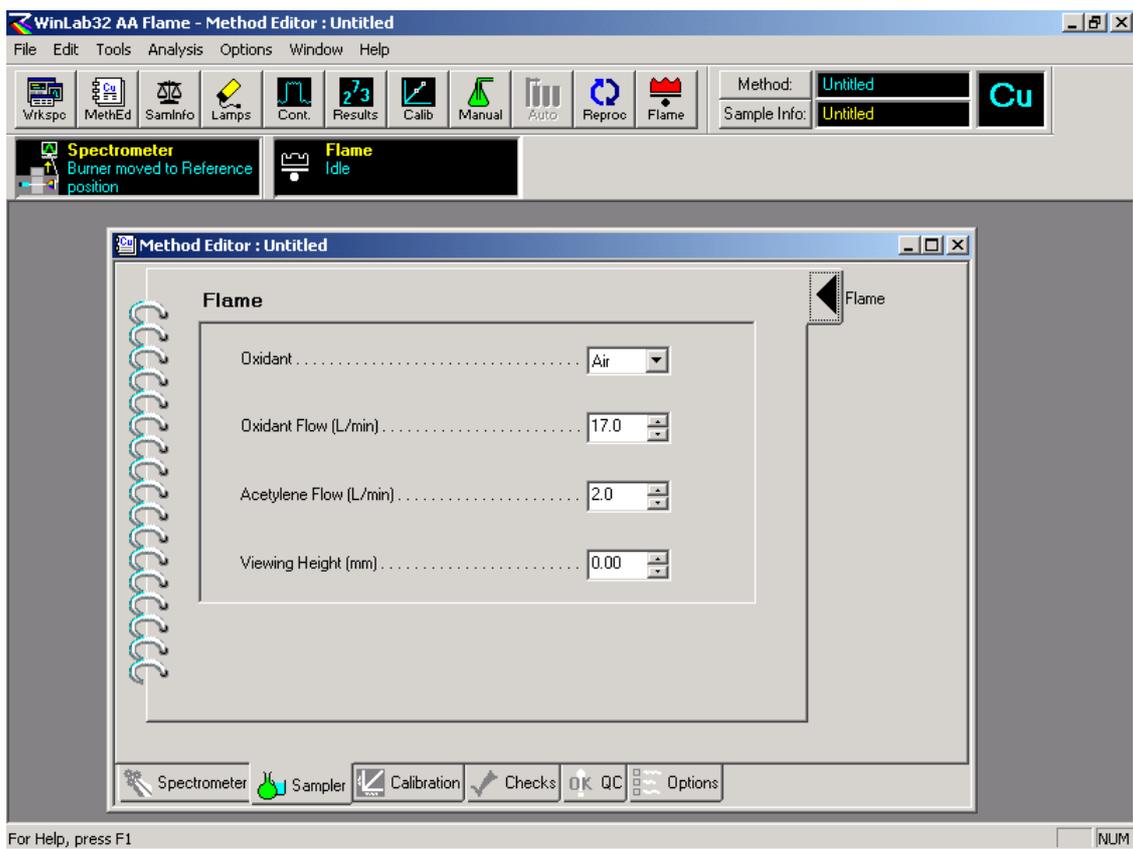


图 9. 方法编辑中的火焰状况页面

1. 2. 7 燃气和助燃气的流量将从两个方面影响火焰: 火焰的大小和火焰的氧化还原性. 对于大多数常见元素来说, 建议使用氧化性火焰. 而对于象 Cr, As, Sn 等一些元素则需要使用富燃火焰. 观察高度对于大多数元素来说使用 Reference 高度即可, 对于用一氧化二氮乙炔火焰测定的元素通常需把燃烧头的位置调低. 至此, 该页面的参数设定完毕, 可通过鼠标器的操作进入到校准画面如图 10:

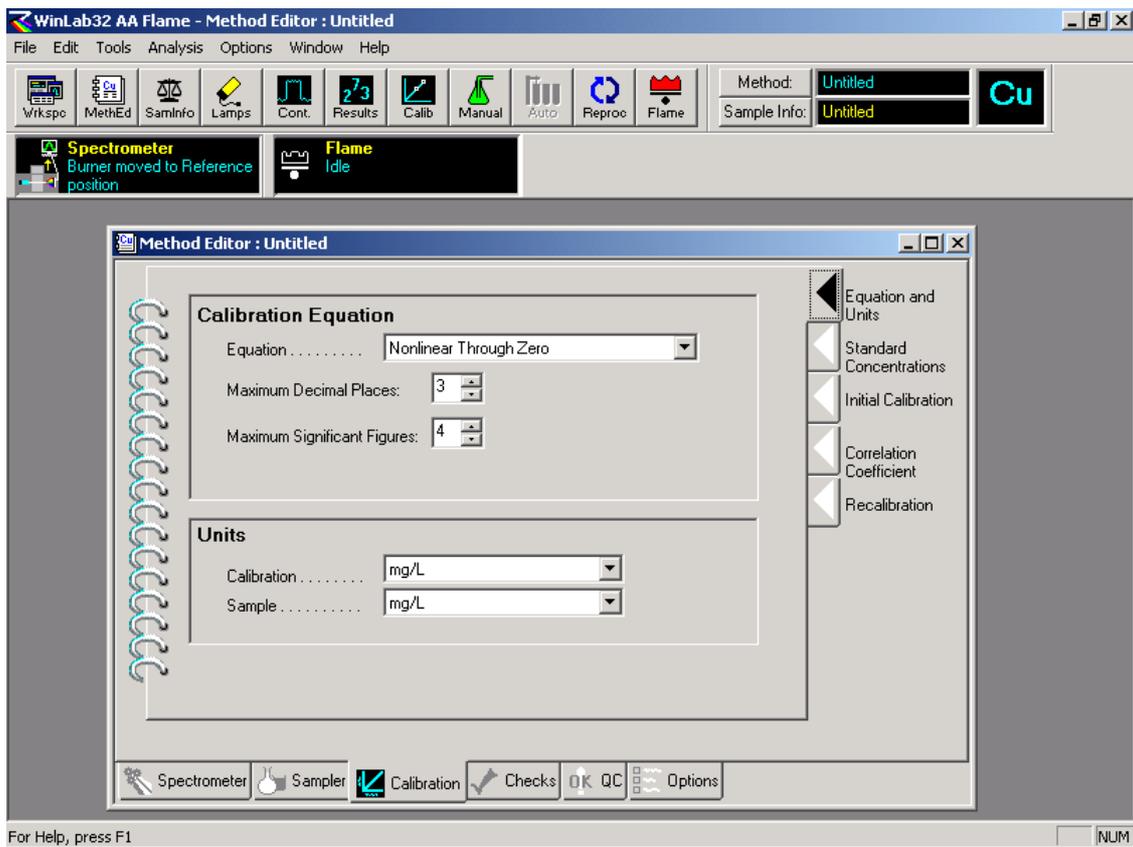


图 10. 校准公式和测定单位选择页面

1.2.8 在“公式和单位”的分页面上选择合适的方程, 测定结果表示的小数点后最大位数和最多有效数字. 样品单位和校准单位可以相同, 都使用重量/体积单位或重量/重量单位; 也可以两个单位不一样. 当校准单位用重量/体积单位, 而样品单位用重量/重量单位时, 则需在测定时使用样品信息文件“Sample information”. 此后可进入到标准溶液浓度及标准溶液杯在自动进样器上的位置. 画面如图 11:

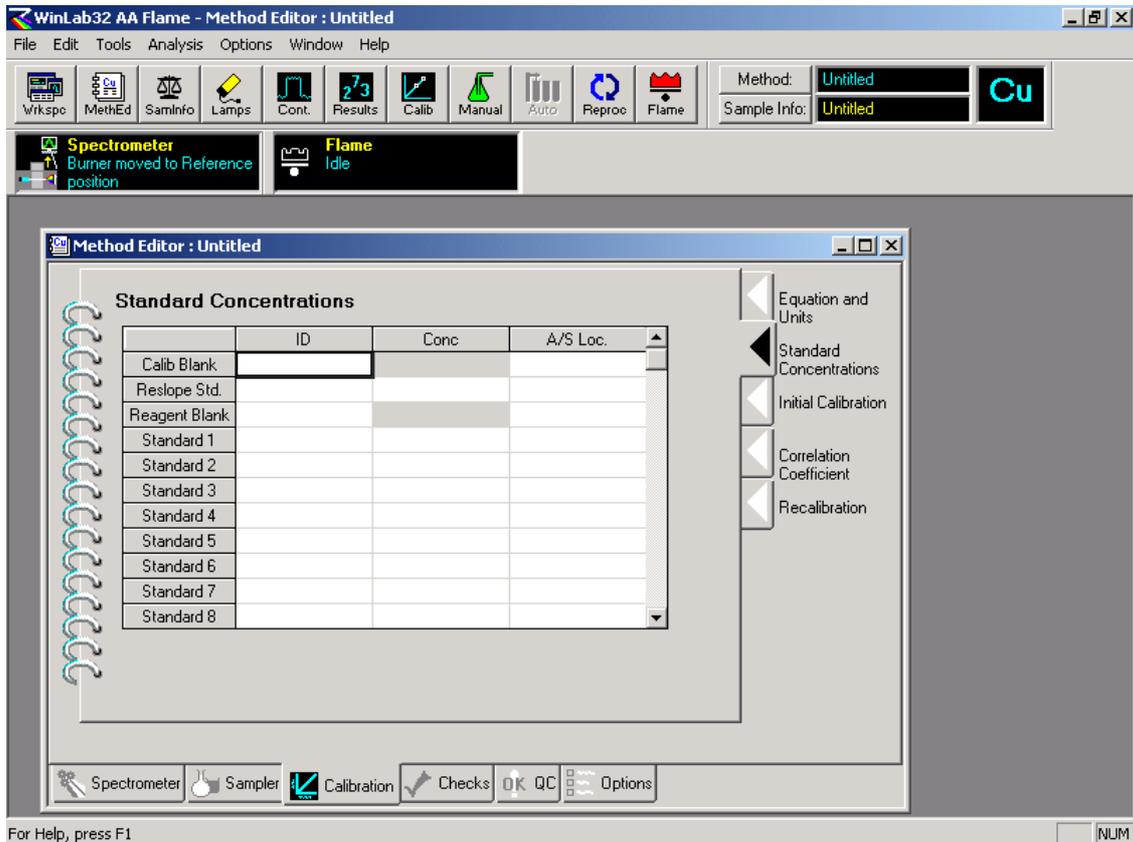


图 11.工作标准浓度输入页面

1.2.9 在 ID 栏中输入标准溶液名称,“Conc”栏内输入标准溶液浓度,“A/S Loc”栏代表自动进样器位置.当一次测量的样品数目较大时,为消除可能出现的吸光度漂移对测定结果的影响,可在此时确定在测量过程中用以进行单点再校准的标准浓度,并将其名称,浓度和在自动进样器里的位置分别输入到相应的空格内.接着,可用鼠标器点击右上方的“Initial calibration”,软件进入到校准曲线如何建立的分页面如图 12:

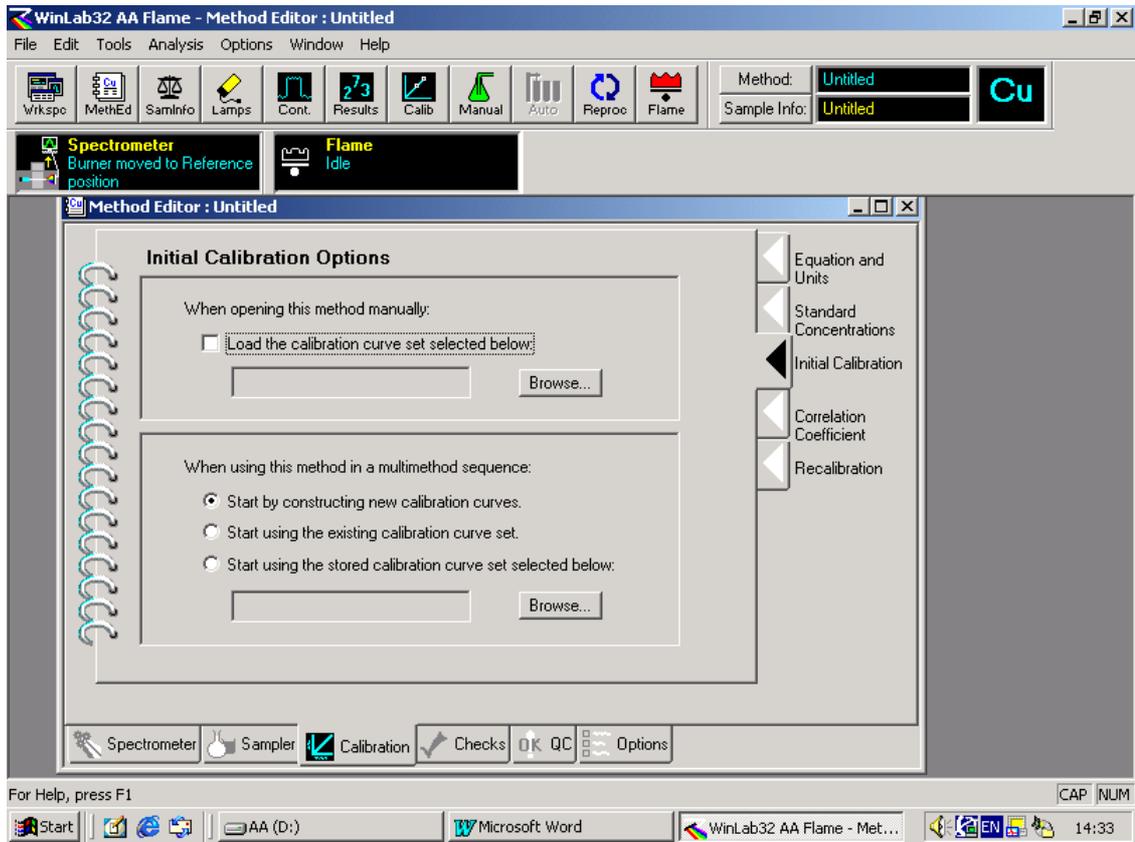


图 12.新建校准曲线或调用已建已存曲线选择页面

1.2.10 在进行火焰原子吸收测定的大多数情况下,都实施单元素,手动进样分析.一般均需建立新的工作曲线,此时可用鼠标器选击上图中下面一部分的第一选项,即,“Start by construction new curves”.如果希望使用存储在数据文件中的,早先做好的工作曲线,可采用画面中上半部分的选项,即,“Load the calibration curve set selected below”,然后,点击“Browse”,从自动弹出的数据文件列表中选择欲使用的工作曲线,如果同一数据文件中存有数条校正曲线,软件将自动选择最近的一条.如果使用自动进样器并进行多元素全自动分析,也可通过选择画面下半部分的第二和第三选项;

1.2.11 如果是进行手动进样测定,可跳过下面两个用于对测定过程进行质量控制的“Checks”和“QC”页面,直接进入“Option”,如下图 13:

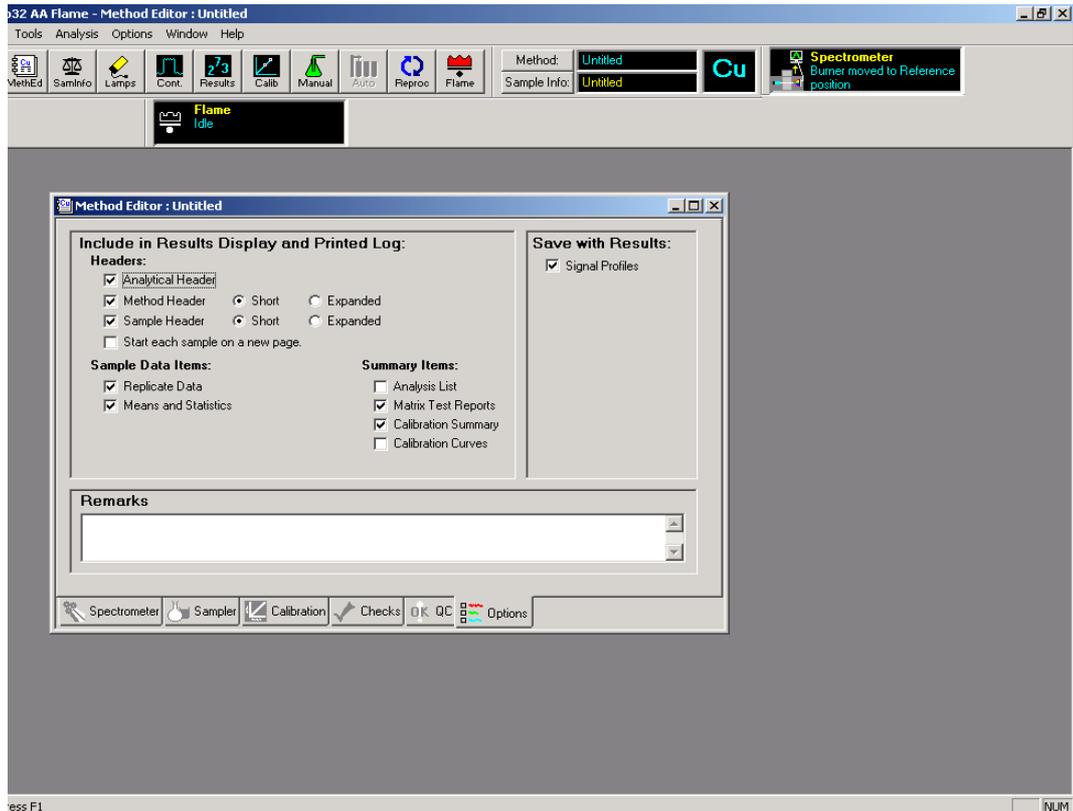


图 13.显示及打印项目选择页面

1.2.12 可根据需要选择显示在数据结果窗口上和打印机打出的项目,此时,方法建立完成,通过 File→Save As 将新方法存在硬盘中,待用.

1.3 点灯与装灯

1.3.1 装灯

用鼠标点击窗口上方工具栏内的“Lamp”按钮,屏幕上将会出现画面如图 14 .如果是 PerkinElmer Lumina 系列的空心阴极灯,可直接将灯管插入到圆柱型的灯架内,同时将灯插头插入相应的插座内,此时在灯对准页面上将会显示出该空心阴极灯的元素符号,灯电流,波长和狭缝等参数.如果是国产灯或其他公司的灯,则需用一个合适的转换接头.在这种情况下,仪器不能自动识别是何种元素灯,需由操作人员自己输入元素符号;而灯电流,波长,狭缝等参数也会在相应的栏目中显示出来.通常使用非 PerkinElmer 生产的空心阴极灯时,灯电流需根据生产厂家的推荐值作必要的修改.如使用无极放电灯,灯只可装在 1-4 号灯位中.

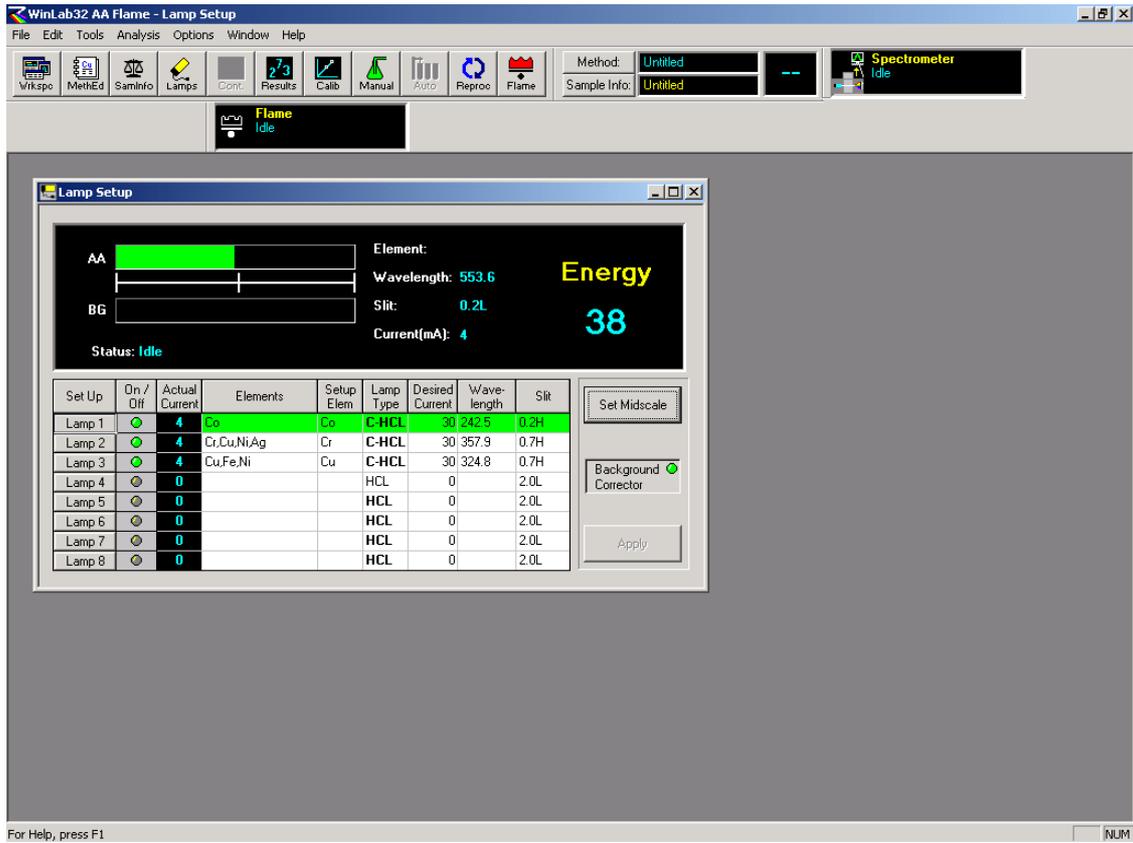


图 14. 灯控制窗口

1.3.2 点灯 在上面的灯控制窗口中, 欲点燃某一个灯, 只须用鼠标器点击该元素左边的“On/Off”命令; 如点击“Set Up”按钮, 则仪器不仅点燃该灯, 同时, 波长, 狭缝等也按照窗口中已设定的参数调节到位; “Set Midscale”按钮用于将光能量棒调到中间; “Repeat”用于重找波长.

1.4 点火与熄火

1.4.1 空气-乙炔火焰在仪器正常开启并处于火焰原子化器工作位置下, 确认空气压缩机已经接通电源并正常工作; 打开乙炔钢瓶主阀门并将次级压力调至 0.09-0.1Mpa 之间, 然后在图 15 所示的火焰控制窗口中, 确认“Oxidant”选择空气, 燃气和助燃气的流量在合适的范围, 再用鼠标器点击火焰控制开关中的“On”, 火焰即被自动点燃;

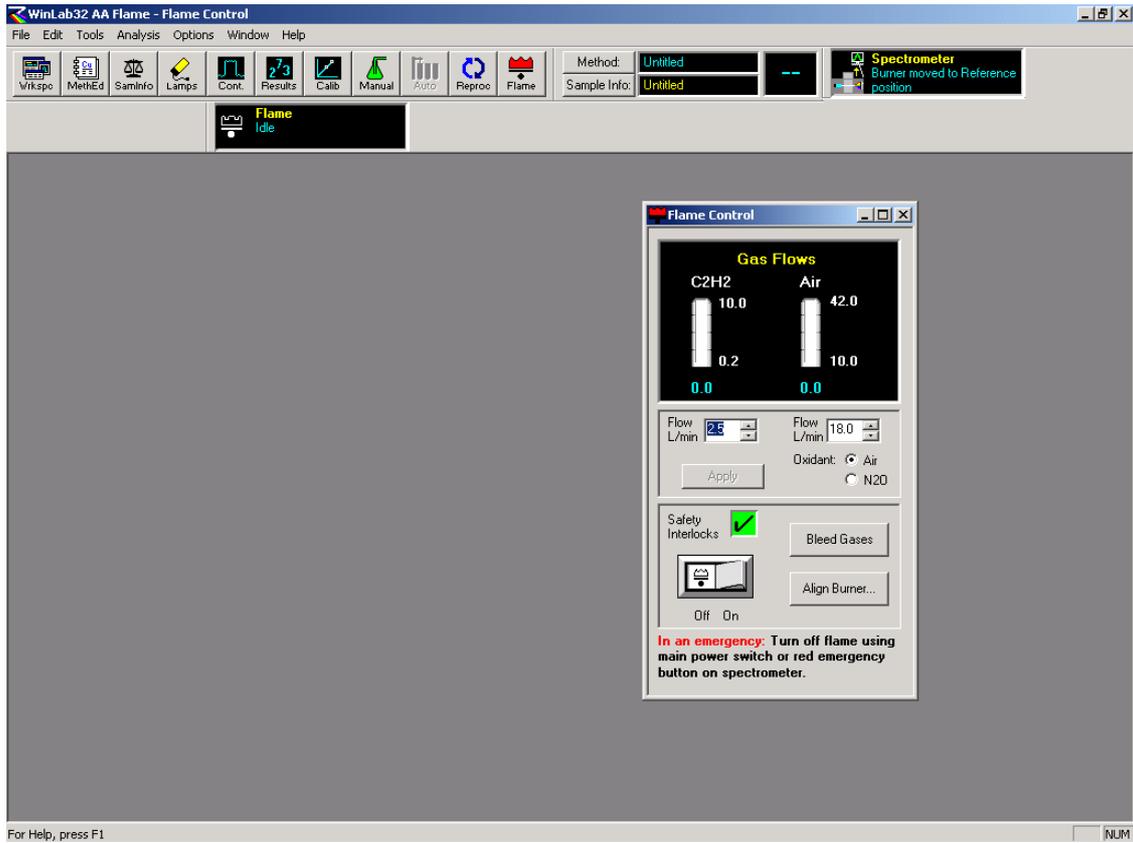


图 15. 火焰控制窗口

1.4.2 笑气-乙炔火焰 点笑气-乙炔火焰须满足以下条件: 已安装缝长为 5 厘米的高温燃烧头; 使用了电加热笑气调节阀; 空气压力, 笑气压力, 乙炔压力都在安全范围内(可参考仪器背面的推荐值) “Oxidant”选择笑气然后用鼠标器点击火焰控制开关中的“On”, 仪器将点燃空气-乙炔火焰, 在大约 20 秒钟后, 火焰自动切换为笑气乙炔火焰.



1.4.3 熄火 无论是在空气-乙炔火焰或是笑气-乙炔火焰点燃的情况下, 只要用鼠标器点击火焰控制开关中的“Off”按钮, 即能将火焰熄灭, 笑气-乙炔火焰在熄灭过程中应有一个自动转换为空气-乙炔火焰再熄灭的过程. 在火焰熄灭后, 关上乙炔钢瓶和笑气钢瓶(如果有的话), 用鼠标器点击“Bleed Gases”, 放掉管路中的残余有害气体.

1.5 优化仪器条件 需要并可以优化的火焰原子吸收分析的仪器条件包括燃烧头位置(上下及前后), 雾化器, 燃气流量等.

1.5.1 燃烧头位置 燃烧头的前后位置对于差不多所有被测元素和各种样品都是一样的, 即希望燃烧器的缝与光源发出来的光严格平行并精确地通过缝上方. 燃烧器的上下位置, 即让被测光通过火焰的哪一部分则对于大多数元素来说是一样的, 象 Cr 等少数元素有特殊的要求. 燃烧头的角度虽然会对测定灵敏度产生较大的影响, 但在大多数情况下, 操作者总是希望灵敏度处在尽可能高的位置, 因此, 如果没有特殊需要, 我们不必调节燃烧头的角度. 燃烧头位置的一般优化可按下列步骤进行:



1. 用鼠标器点击相应命令或工具, 调出"Continue Graphics"和"Flame Control"窗口;

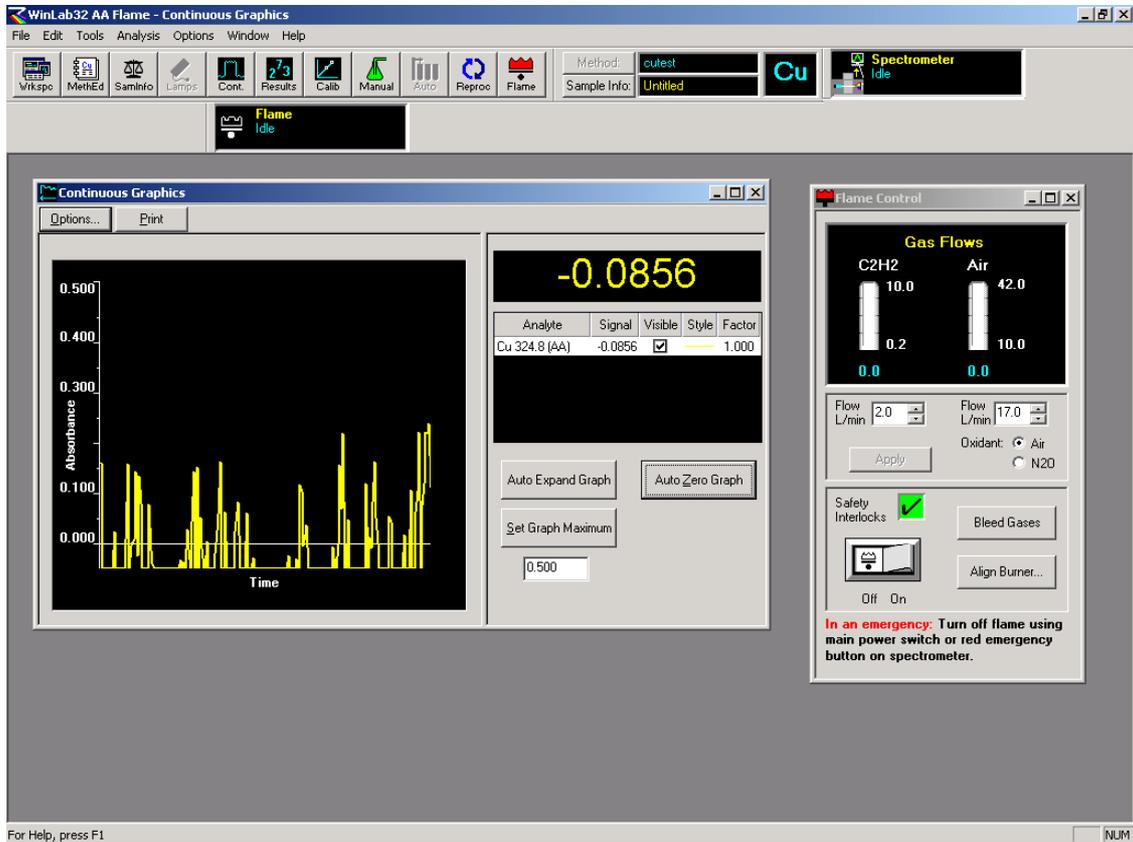


图 16. 火焰原子吸收测定条件优化窗口

2. 在"Flame Control"窗口中, 点击"Align Burner"按钮, 屏幕上将出现对话框如图 17 ;

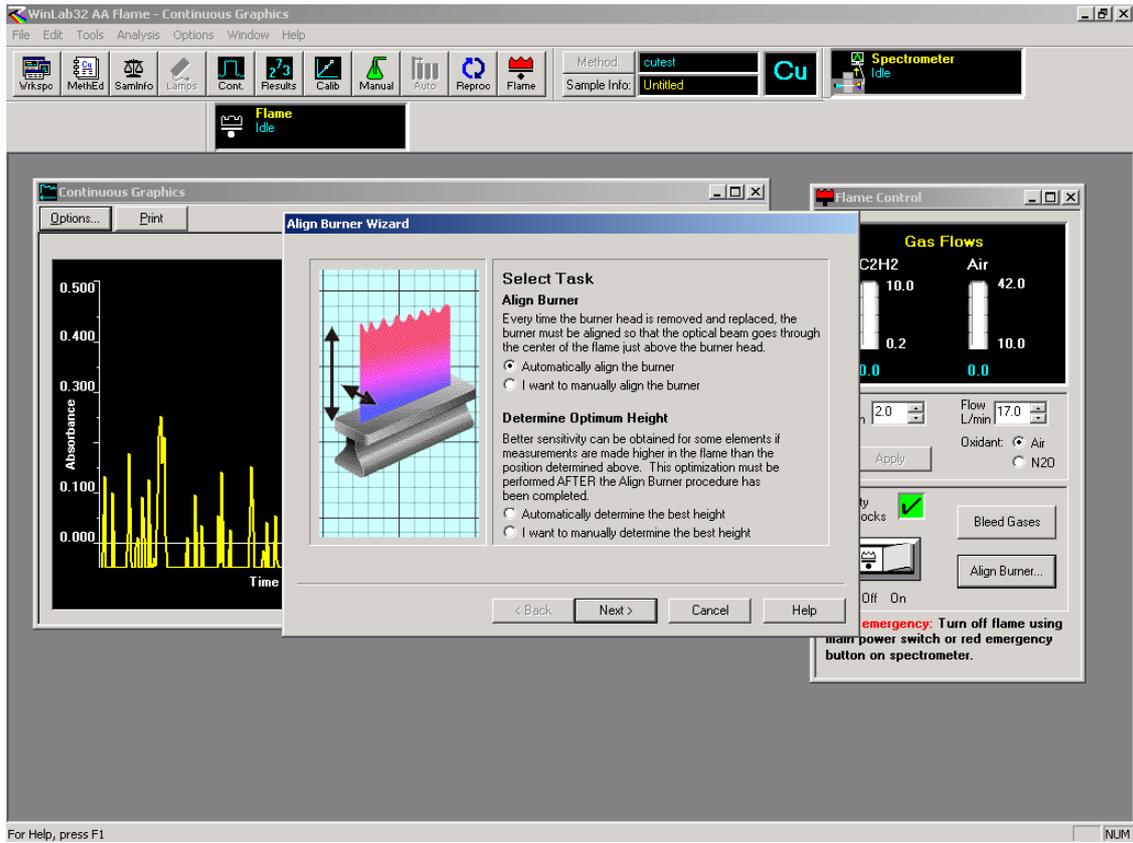


图 17. 燃烧头位置优化对话框

首先选择希望优化的任务及用自动方式还是手动方式进行,在决定选用自动调节方式后,还需决定需要优化的项目,如前后上下两者都要优化,则选“Align Burner”;如只需找到最佳高度,则选“Determine Optimum Height”.在选择“Align Burner”后,点击“Next”,出现对话框如下图 18:

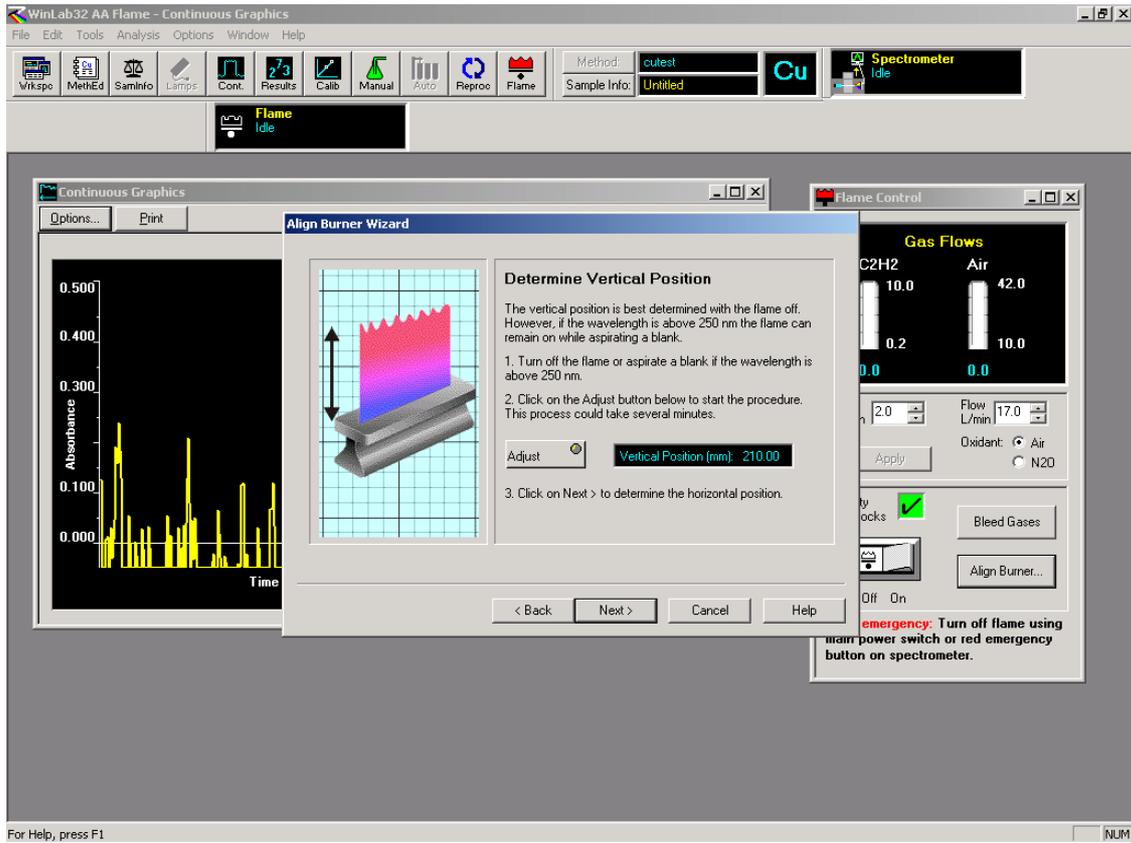


图 18. 燃烧头高度调节画面

点击“Adjust”按钮，仪器开始寻找合适高度，此时，应熄灭火焰或在火焰点着的情况下吸空白溶液（测定波长在 230nm 以上时）。当此任务完成后，屏幕出现另一对话框，显示优化高度已经找到，如由于某些原因未找到最佳高度，对话框也会给出提示：在仪器完成高度优化后，即可开始寻找燃烧头的最佳前后位置，此时应在火焰点燃的状况下进行，点击“Ok”，然后顺着对话框的指引，吸能够产生 0.2Abs 左右的标准溶液，点“Adjust Horizontal Position”按钮（如图 19 所示），观察连续图形上吸光度的变化，大约数分钟后，优化过程结束，燃烧头的最佳位置找到，在 Win32 提示页面中单击“Ok”，再在“Align Burner Wizard”页面上点击“Finish”，这样，燃烧头的最佳高度和最佳前后位置就会自动储存在仪器软件中。

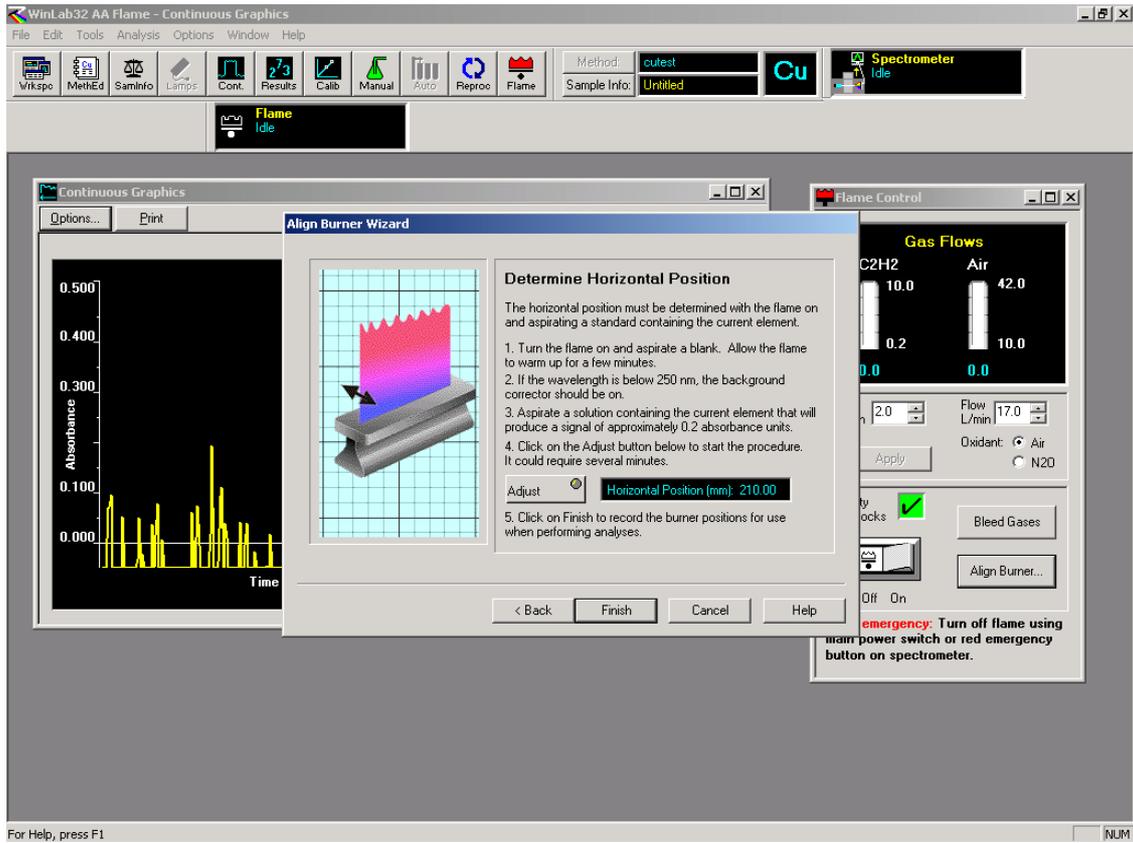


图 19. 燃烧头前后位置的调节

1.5.2 特殊元素的最佳高度调节 经上述步骤优化后的参比位置对于大多数元素来说是合适的位置,但是对于少数元素来说,燃烧头的高度并不合适,可通过以下操作步骤进行调节:

- 在图 17 所示的画面中单击自动确定最佳高度(Automatically determine the best height),再选"Next",此时屏幕上出现画面如下:

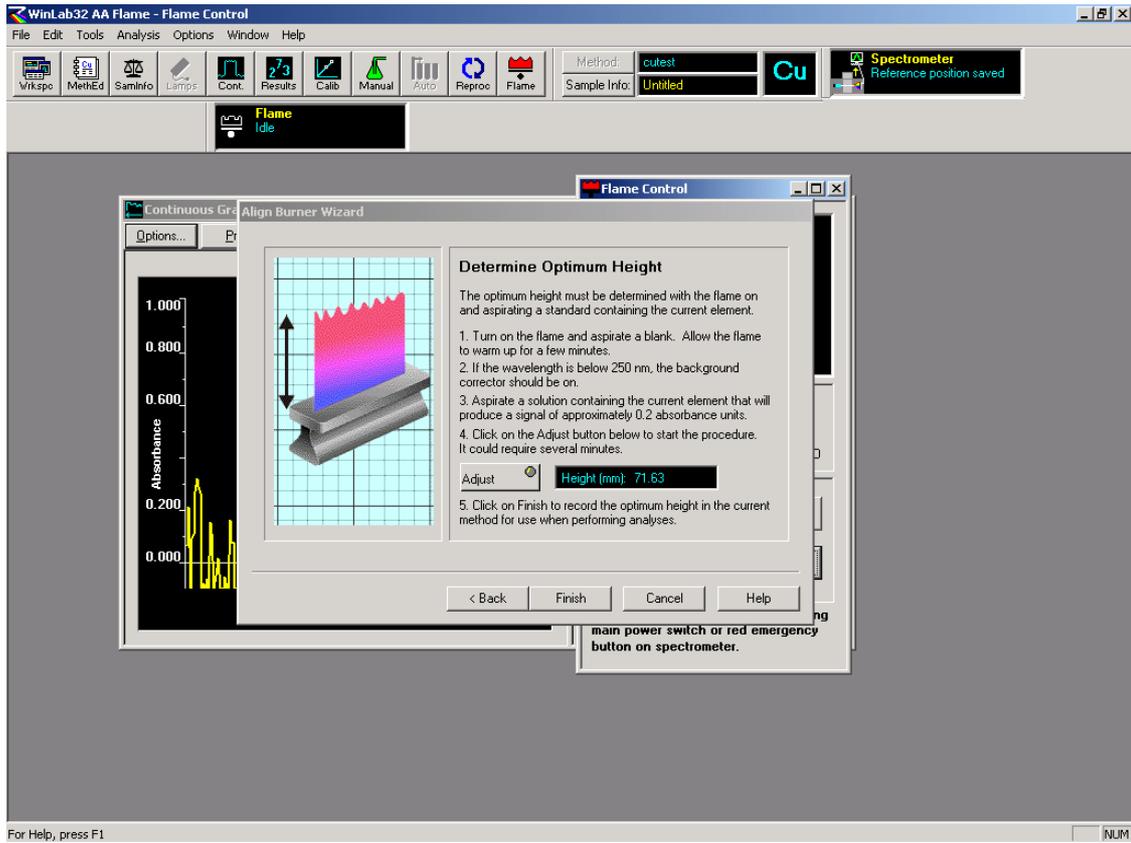


图 20. 特殊元素燃烧头高度调节

●吸欲优化高度的被测元素的标准溶液,同时点击”Adjust”,仪器即会自动调节燃烧头上下位置,找到吸光度最大的燃烧头高度,此时按“Finish”,该高度即被储存在正在使用的方法中。

1.5.2 雾化器 雾化器的吸喷量将在很大程度上影响到一个确定浓度样品溶液的吸光度信号的大小,在多数情况下,还会在某种程度上影响到样品溶液测量的精密度.雾化器的调节可参照以下步骤进行:

●在 Cu 元素的标准测量条件下,点燃铜灯;点燃空气-乙炔火焰;调出火焰控制窗口和连续图形窗口;边吸标准溶液(浓度为 5mg/L 左右),边进行调节;

●顺时针转动锁定螺帽,待其松开后,逆时针转动调节螺帽,同时密切观察屏幕上吸光度的变化.当吸光度接近于零,同时看到放在样品溶液中的毛细管开始冒泡时,立即停止逆时针旋转;

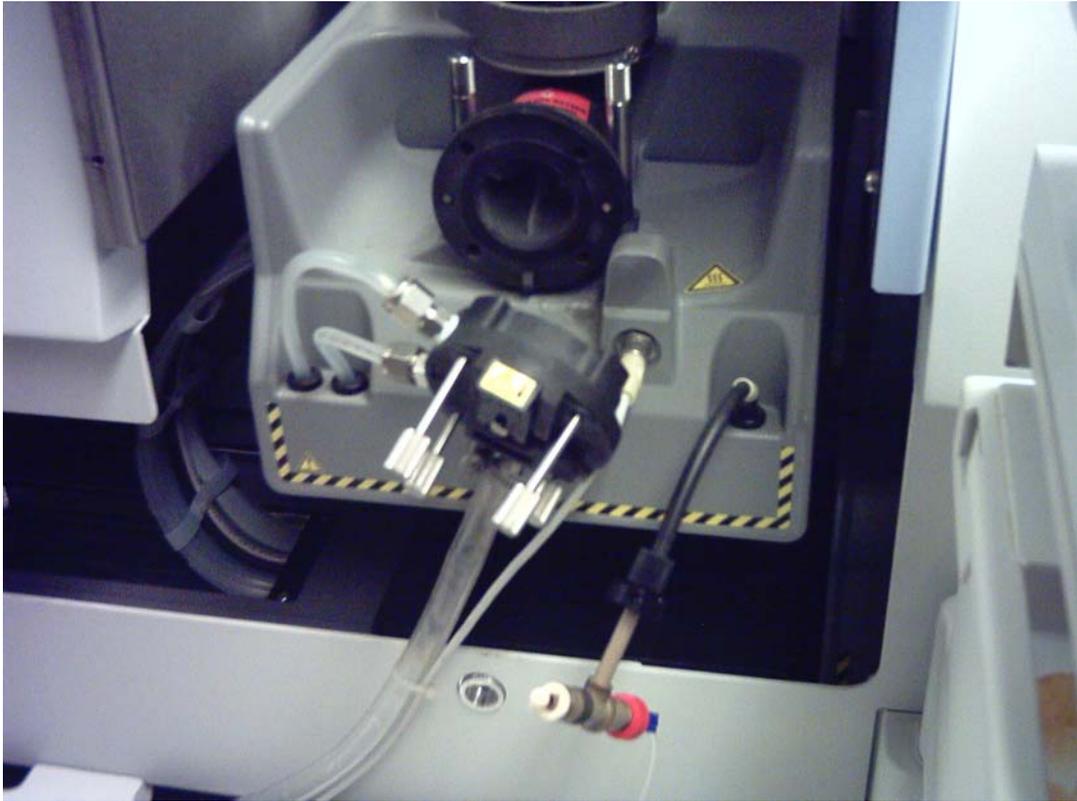
●此时改为顺时针转动调节螺帽,吸光度信号将逐渐升高,等到找到最大吸光度时,不再转动调节螺帽,同时逆时针转动锁定螺帽,直至将调节螺帽锁紧.雾化器调节工作完成。

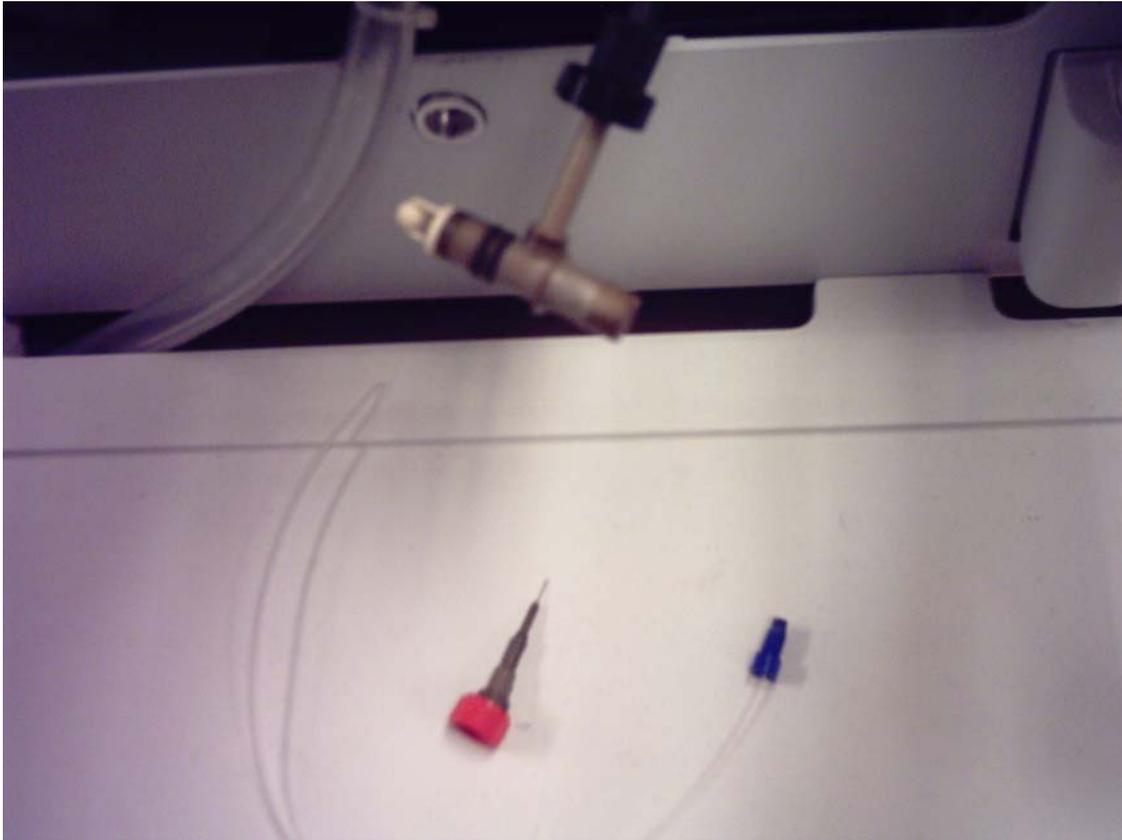
注意: 1. 上述调节过程只适用于空气-乙炔火焰, 不得在笑气-乙炔火焰下作这样的调节, 可在空气-乙炔调好后, 再在笑气-乙炔火焰下使用;

2. 旧的雾化器有可能出现多个吸收峰值, 可反复进行调节, 得到并锁住吸光度值最大时的雾化器位置.



图 21. PerkinElmer 的可调雾化器





1.5.3 火焰 火焰从两个方面影响 AA 仪器的分析特性: 火焰的大小和燃气与助燃气的比例. 火焰较小时有可能灵敏度较高一些, 但稳定性稍差. 燃气和助燃气的比例对于大多数元素来说, 影响不大, 但对于少数元素来说, 比如 Cr, 将起到非常大的影响. 调节时, 可固定空气流量不变, 边吸欲测定的元素的标准溶液, 边慢慢地改变乙炔的流量, 同时在“Continue Graphics”观察吸光度的变化, 找到吸光度最大时的乙炔流量, 这时的燃气和助燃气形成的火焰可认为是较适合于测定该元素的火焰. 并可将此流量储存在特定方法中.

1.6 样品测定

1.6.1 做校准曲线

1.6.1.1 打开 Align Lamp 窗口, 点燃即将测定的元素的空心阴极灯或无极放电灯, 如欲使用氙灯校正背景, 可同时点燃氙灯, 并尽可能的让两束光强度相匹配;

1.6.1.2 用鼠标器点击 Winlab32 AA Flame 中左上方的 WkSpace(工作桌面), 此时屏幕上出现一对话框, 选择“Manual”或其他合适的选项, 屏幕上将会显示出一个包括 4 个窗口的工作桌面如下面图 22.

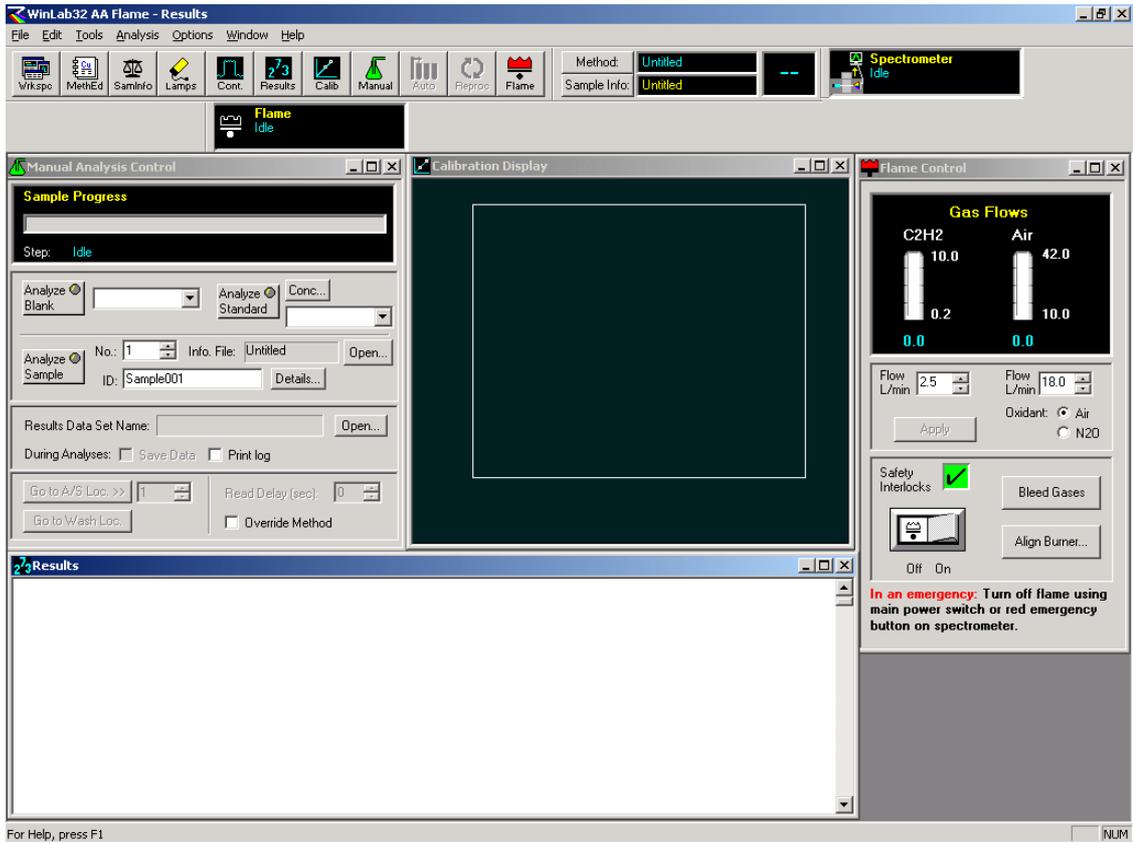


图 22. 火焰原子吸收分析用 WinLab32 Analyst 工作桌面

1.6.1.3 调出欲使用的测量方法(可用鼠标器点击下拉式菜单 File→Open→Method 或点击工具栏右上方 Method 按钮), 此时均会出现存储在计算机硬盘上的已建立的方法名称如下表:

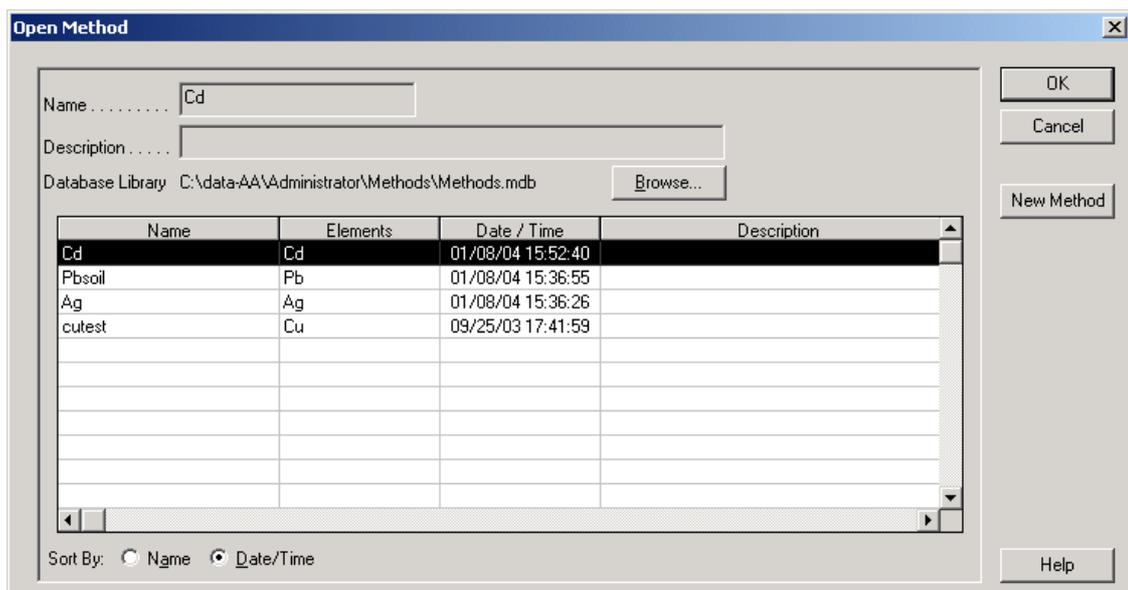


图 23. 已建立方法目录表

1. 6. 1. 4 双击上表中欲使用的方法, 该方法名称将会出现在屏幕工具栏的右上方, 表明该方法将要被使用或正在被使用;
1. 6. 1. 5 在“Manual control”窗口的下方“Results Set”空格内, 输入测定数据将要存入的文件名称; 如有必要, 还可在“Sample Inf”空格内输入样品信息文件名称;
1. 6. 1. 6 开排风;
1. 6. 1. 7 点火;
1. 6. 1. 8 边吸空白溶液边点击“Manual Control”窗口中的“Analyze Blank”按钮, 注意选择校准空白, 而不是试剂空白;
1. 6. 1. 9 吸标准溶液 1, 点击“Standard1”;
1. 6. 1. 10 依此测量标准溶液 2, 3, 4 等, 直到结束;
1. 6. 1. 11 在“Calibration Display”窗口中检查校准曲线, 看是否满足要求, 如满足, 则开始测定样品; 如不满足, 可点击“Tools”菜单中“Edit Calibration”, 此时, 屏幕上出现画面如下图 24, 可根据此对话框决定每一标准点所测数据的取舍, 如采用这一点, 则选择“Include”, 如欲舍弃这一点, 选“Ignore”; 如某一点需重做, 则选用“Reanalyze”. 如有必要, 还可改变原先在方法中设定的校准方程, 只须点击对话框中“Calibration Equation”右边的箭头, 并在随后显现的诸多方程中进行选择即可.

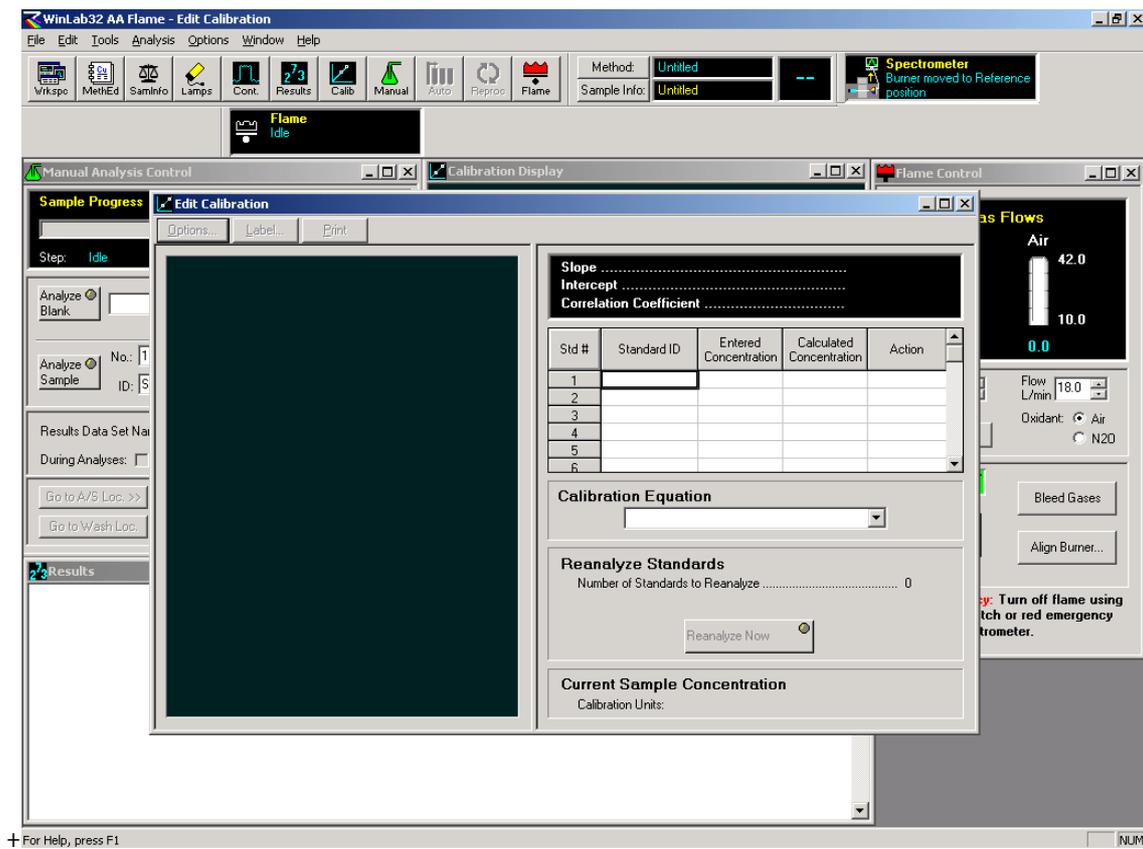


图 24. 标准曲线编辑画面

1. 6. 2 测定样品

1. 6. 2. 1 取欲测定的第一个样品, 在手动分析控制窗口中的“ID”一栏中输入样品名称; 或在使用样品信息文件时, 确认自动显示出的样品名称与实际样品相符, 边吸样品溶液, 边点击“Analyze Sample”按钮, 待按钮上的绿的显示灯熄灭, 则该样品测定完毕;

1. 6. 2. 2 按照上述相同的步骤, 测定第 2, 第 3 个...样品直至结束. 如果测定的样品数量较多, 可在测定一定数量的样品后, 对空白样品进行重新测定, 用以重新调零; 对“Reslope”的标准溶液进行测量用以对原工作曲线的斜率进行调整.

1. 7 熄火与关机

1. 7. 1 在样品测定完成后, 可让火焰继续处于点燃状态同时吸空白溶液 10-15 分钟;

1. 7. 2 点击火焰控制窗口中“On/Off”按钮, 熄灭火焰;

1. 7. 3 关乙炔钢瓶;

1.7.4 点击火焰控制窗口中“Bleed Gases”,放掉仪器管路中的乙炔气体,直至该窗口中安全连锁出现红色交叉符号;

1.7.5 关灯;

1.7.6 通过下拉式菜单 Windows→Close All Windows 关闭所有打开的窗口;

1.7.7 通过下拉式菜单 File→Exit 离开 Winlab32 AA 应用软件界面;

1.7.8 关主机电源;

1.7.9 关排风;

1.7.10 如有必要,关计算机.

2. 石墨炉部分

2.1 开机

2.1.1 接通计算机主机电源,让计算机进入到 Windows2000 或 XP 状态,暂缓进入到仪器应用程序;

2.1.2 开空气压缩机;

2.1.3 开氩气,次级压力可调在 0.35-0.4Mpa 之间;

2.1.4 确认循环冷却水电源处于接通状态;

2.1.5 开原子吸收主机电源,仪器即对石墨炉自动进样器等自检,待仪器发出“啪”的声响后,仪器自检完成,可进入下一步操作;

2.1.6 用鼠标器点击屏幕上 AAwinlab Analyst 快捷图标或通过级联式菜单 Start →Programm→AA800→Winlab Analyst 进入分析应用软件;这时仪器对机械和光路部分进行自检,待自检完成后,软件即处于待工作状态.如果仪器在开机时尚不处于石墨炉状态,可通过选击下拉式菜单 File→Change Technique→Furnace 转换到石墨炉工作状态.

2.2 建立方法

2.2.1 选击下拉式菜单 File→New→Method, 屏幕上出现对话框如下图 25:

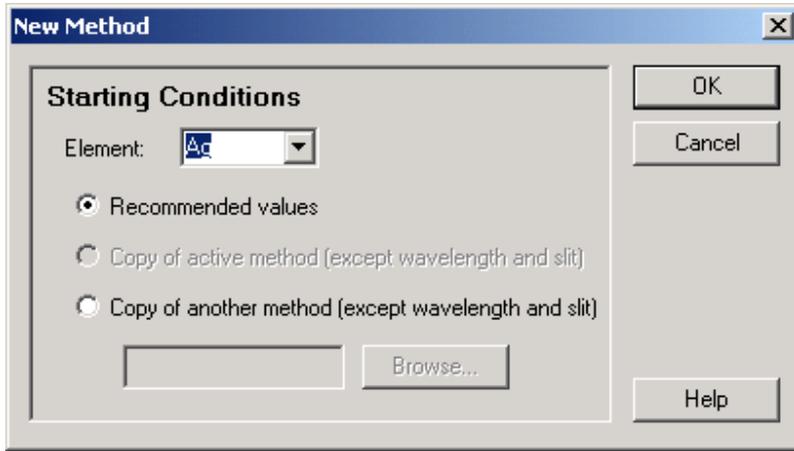


图 25: 方法元素选择对话框

2.2.2 选择欲建立方法的元素, 并确定以仪器软件推荐的参数作为基础, 还是以已经打开的方法作为基础或是以储存在计算机硬盘上的某一方法作为基础, 点击"OK", 屏幕上将出现该元素的方法编辑画面如图 26:

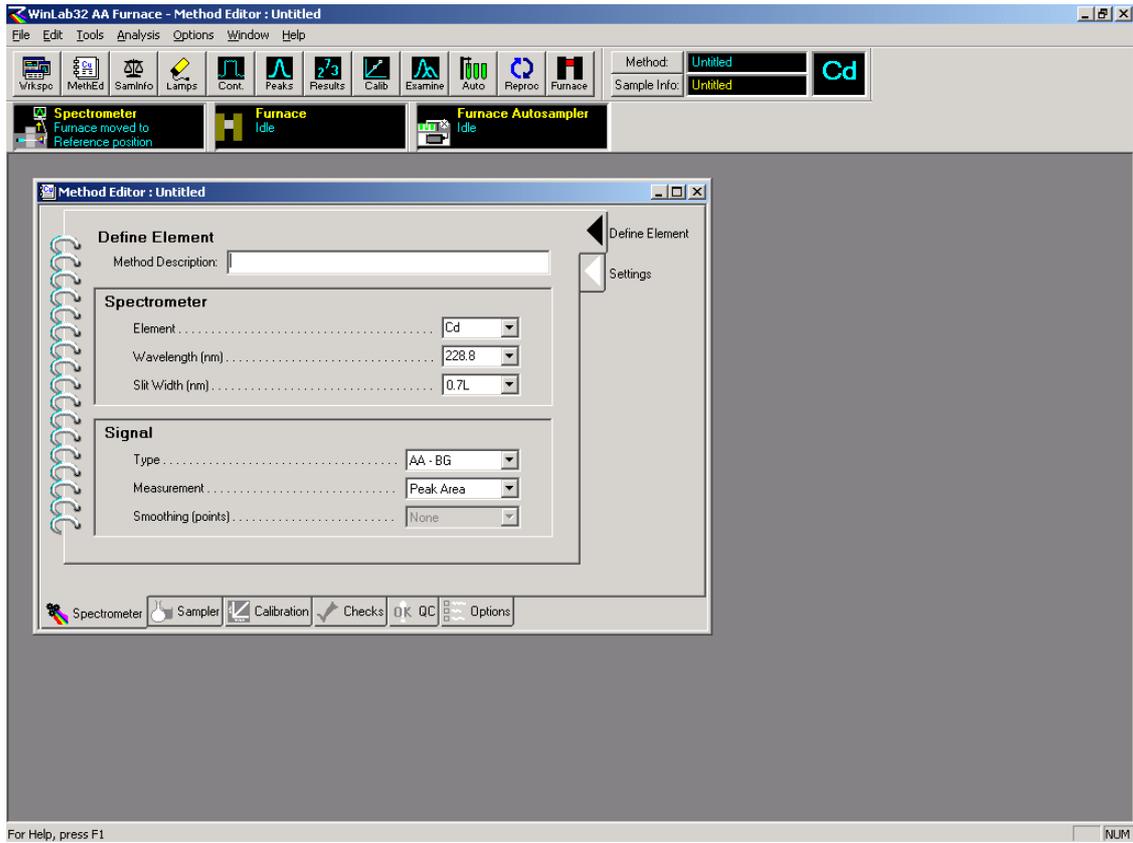


图 26: 石墨炉原子吸收测定方法编辑画面

2.2.3 首先对仪器的光谱仪(Spectrometer)参数进行选择或修改, 波长和狭缝一般使用缺省值即可, 测量方式在大多数情况下以峰面积为好, 如果选择峰高, 则须选择平滑点数; 方法描述可帮助记忆该方法最适用的应用场合, 但如省略亦不影响使用. 在绝大多数情况下, 应使用背景校正方式进行测量. 在本页面参数选定后, 点击 Setting, 进入到画面如图 27:

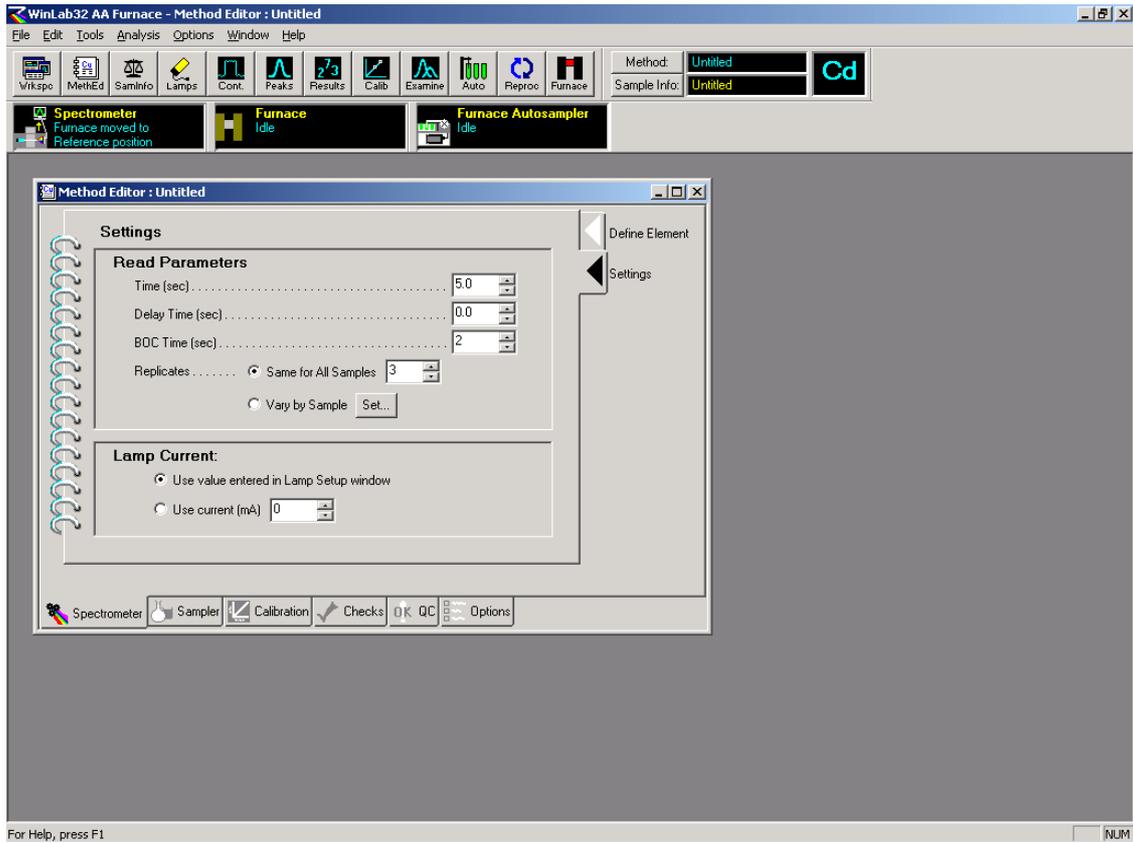


图 27: 灯电流和读数参数设定页面

2.2.4 读数参数中延迟时间一般不用, BOC 时间 1-5 秒可选. 对于大部分元素来说, 5 秒的读数时间完全足够, 只有在很少的情况下, 测定高温元素的峰面积时, 如果该元素的峰信号存在着拖尾现象, 有可能需要更长一点的测量时间. 灯电流建议选择使用灯窗口的设定值. 在这些参数选定后, 可进入到取样器部分的石墨炉程序页面如下图 28:

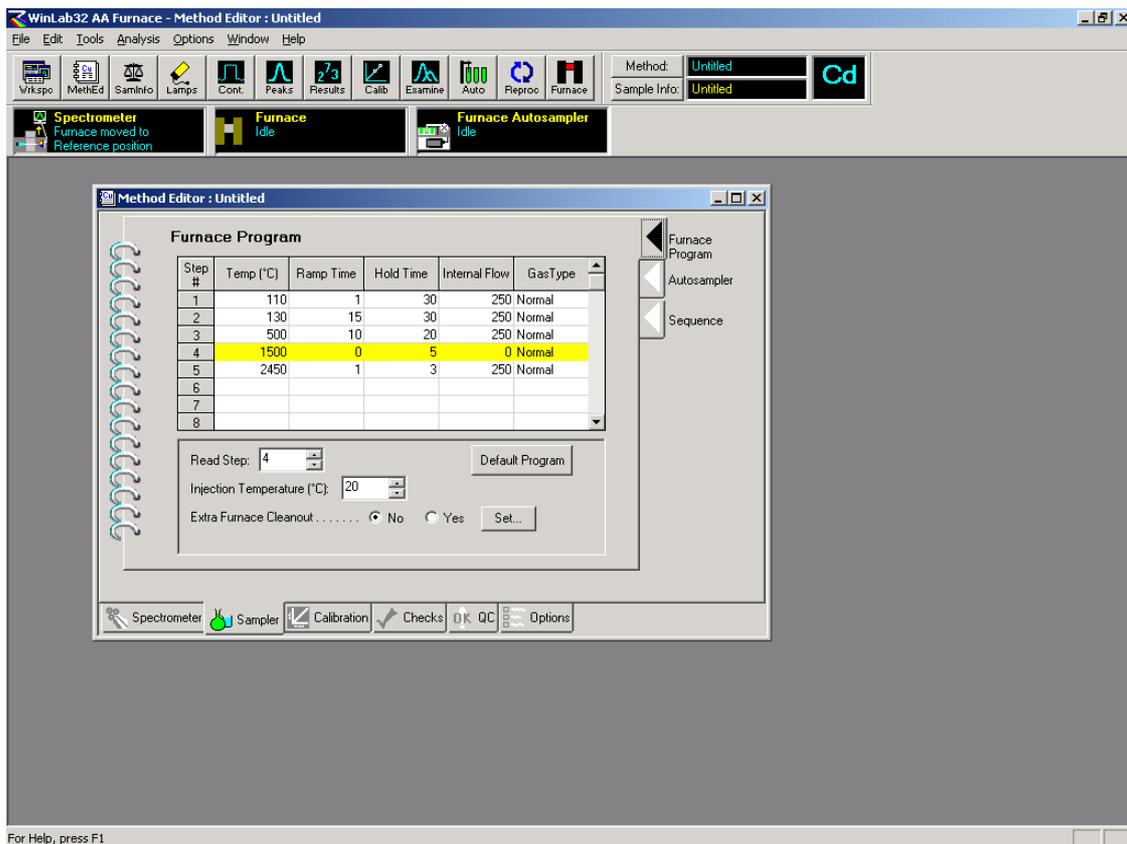


图 28: 石墨炉程序设定页面

2.2.5 一个典型的石墨炉程序至少包括 4 个步骤, 干燥, 灰化(热分解), 原子化和清除. 图 28 中干燥分为 2 步. 干燥的目的是将样品溶液中的溶剂赶走, 干燥程序是否设定合适将会影响到测定吸光度的重复性和石墨管的寿命. 灰化(热分解)步骤的目的是让与测定元素共存的那些物质在原子化阶段到来前走掉, 以免在原子化步骤对测定信号产生影响. 原子化步骤的作用就是将要测定的元素从离子或分子状态变成为处于基态的自由原子, 以便进行光度测量. 清除步骤的目的是要将此次测量中留下的分析物, 样品基体等去除掉, 防止它们对下一次测量产生干扰. 这些参数的设定, 可参照软件中所推荐的缺省值进行修改, 也可通过 Analysis→Method Development 菜单进行优化. 在这个程序参数设定完成后, 方法编辑进入到“Autosampler”页面如图 29:

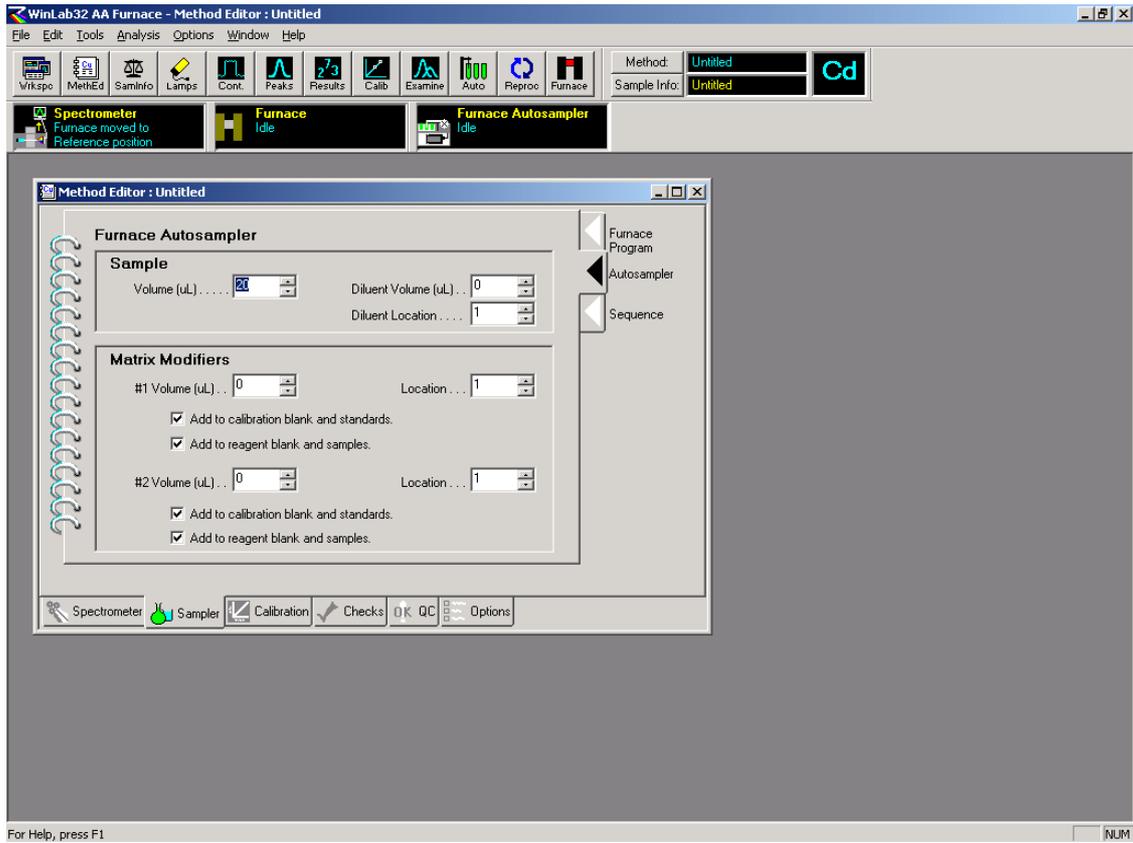


图 29: 方法编辑中的自动进样器参数设定页面

2.2.6 该页面分为两个部分，“sample”部分中体积可在较大范围内变化，很多情况下设定为 20 μ l，“Diluent volume”只有在分析样品溶液含有较高盐分同时待测元素含量也比较高时才需要设定，当这样设定时，所有的样品及标准溶液在测定时都会作同样的稀释。稀释剂位置通常都需要设定，且最好设定在可放较大体积样品杯的位置。基体改进剂最多可同时加两种，当同时设定两个基体改进剂位置时，必须注意下一“sequence”页面中的设定与之相匹配。

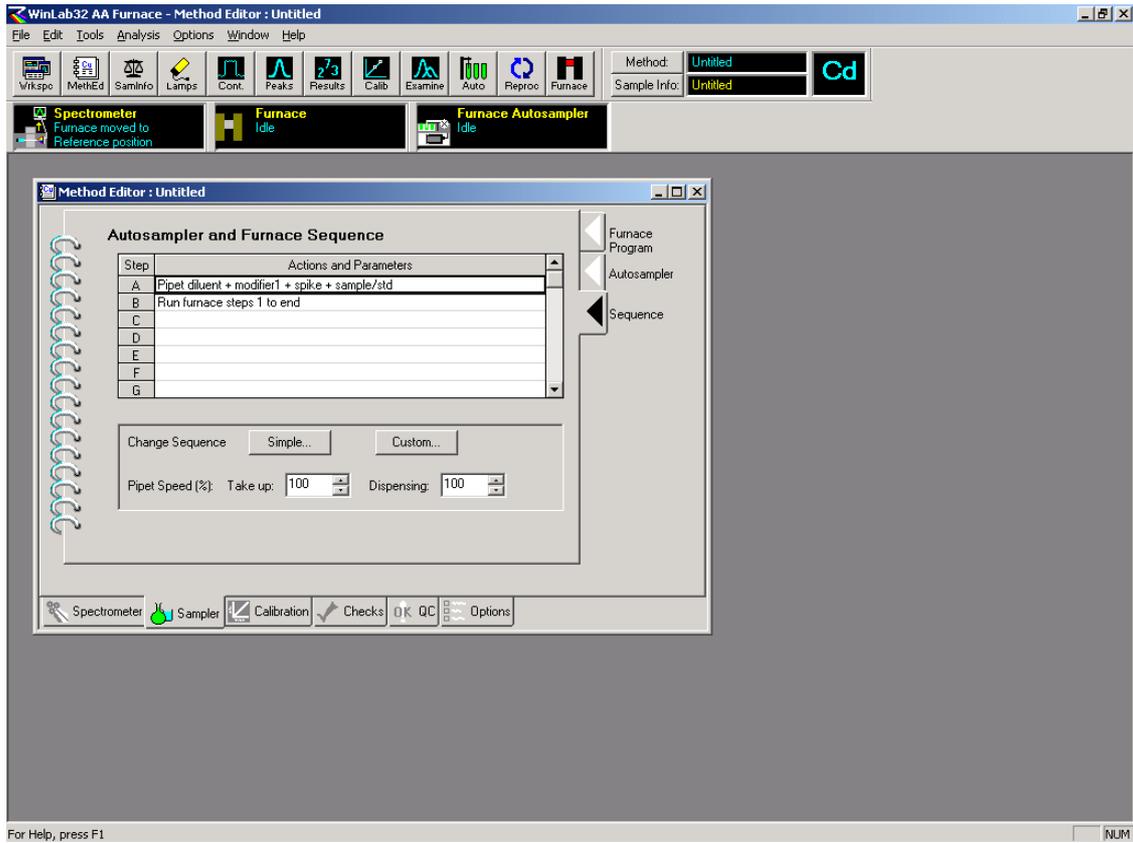


图 30: 石墨炉自动进样器及加热程序执行顺序页面

2.2.7 在“sampler”部分完成后点击下面的“calibration”，即进入到校准部分的校准方程和单位页面，见图 31。选用何种方程与使用哪一条测定谱线，标准曲线的浓度范围，样品溶液与标准溶液的匹配情况以及所用试剂的纯度有关。最终分析结果单位可与校准单位一致，选择重量/重量单位或重量/体积单位；当两者单位不一致时，必需建立样品信息文件。小数点后取几位必需考虑数据的合理性，同时与选用的单位大小有关。

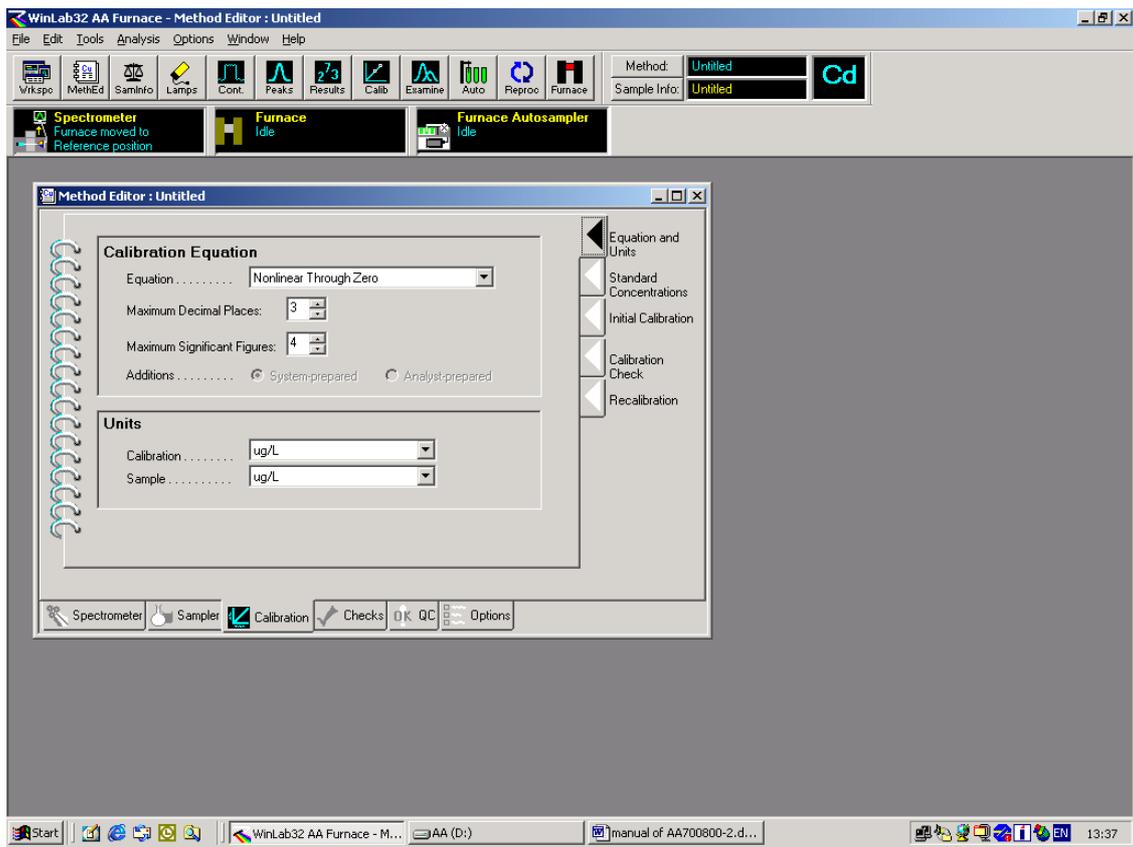


图 31. 方法编辑中的校准方程和分析结果单位页面

2.2.8 此后即可进入到标准溶液浓度输入画面, 如下图 32:

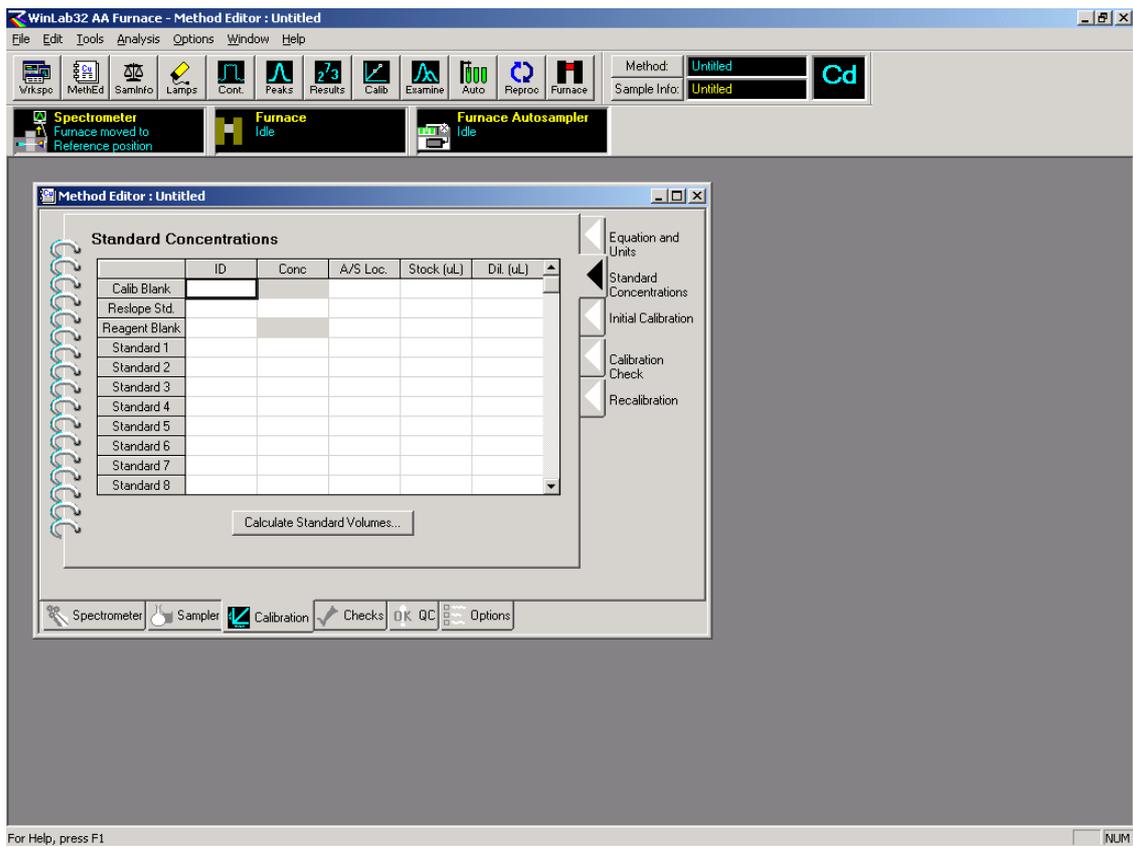


图 32. 标准浓度输入页面

2.2.9 如果所使用的系列标准溶液都是由操作人员自己配制的, 可以逐个输入标准名称, 浓度, 自动进样器位置, 标准溶液体积, 稀释剂体积等. 如果采用由一个浓的标准溶液仪器自动稀释成一个系列标准的方式测量时, 可点击图 32 中间的"Calculate Standard Volumes", 此时屏幕上出来对话框如下图 33:

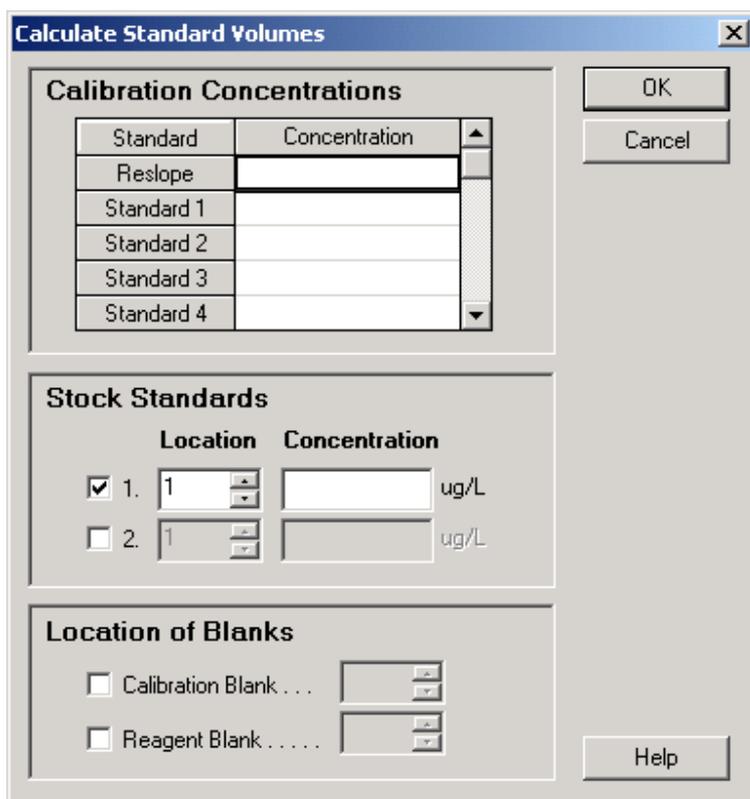


图 33. 石墨炉自动进样器自动配制系列标准对话框

2.2.10 在上面的对话框中输入每一点标准浓度, 浓的储备液浓度及其位置, 标准空白和样品空白位置, 然后点击“OK”, 仪器软件即自动计算出每一点工作标准配制时应取的浓的储备液及稀释剂的体积. 再点击“Initial Calibration”, 选择建立新的工作曲线或是调用以前作好的, 储存在硬盘上的合适的校准曲线; 如需要, 还可点击下面的“Calibration Check”, 对校准曲线的相关系数提出要求, 并选择当相关系数不能达到要求时, 仪器应作出的反应. 再下面的“Recalibration”页面给用户提供了在测定过程中对工作曲线进行再校准的功能. 在该页面中操作者必须确定再校准的类型, 再校准的频度以及在测定过程的最后是否要用标准溶液当作样品来做, 以验核测量结果的可靠性. 至此, 方法建立的基本内容已经输入完毕, 如不进一步使用软件的专门质量控制功能, 可直接进入到 2.2.16, 否则点击“Checks”, 屏幕出现画面如图 34:

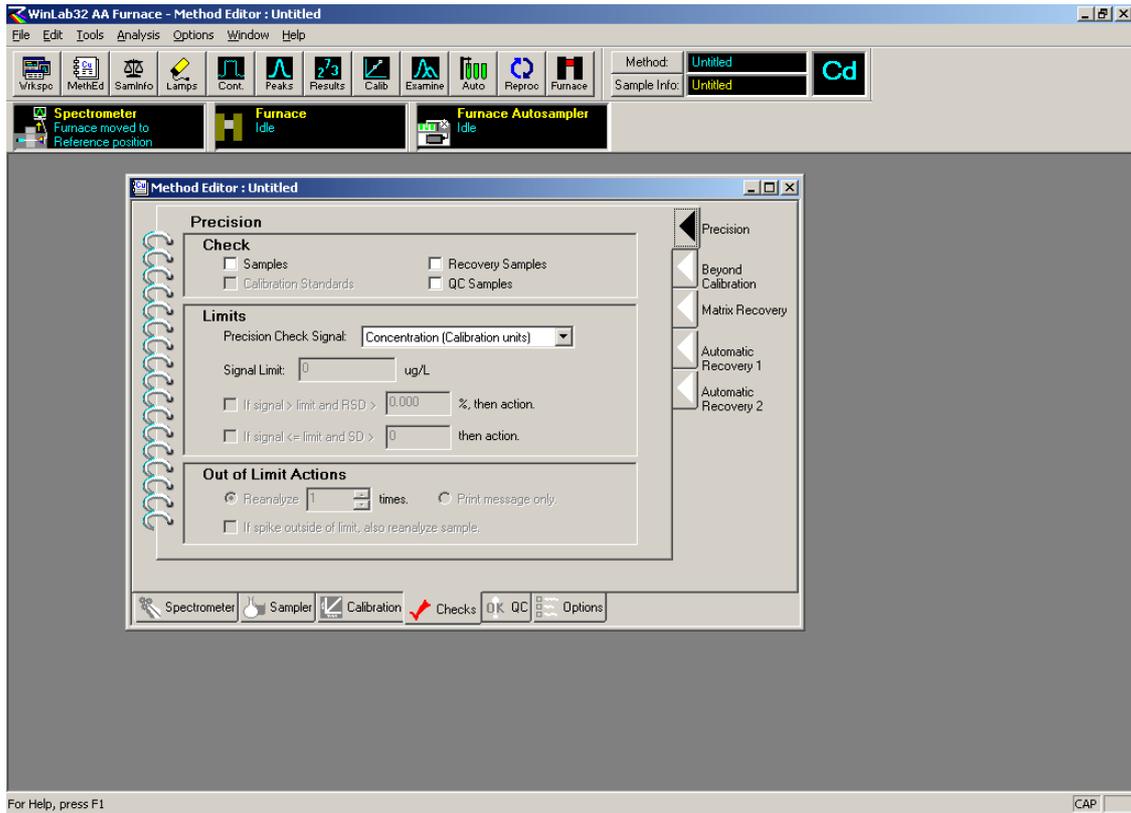


图 34. 方法编辑中的“Checks”页面之一

2.2.11“Checks”实际上也是一种质控手段，只是它并不使用特定的质控样品。在此页面中，包括有对于测量精密度的控制(precision)，超标样品溶液的稀释，基体回收率试验(Matrix Recovery)，和自动回收率试验等。其中对于许多用户来说，超标样品溶液稀释功能是经常需要使用的。用鼠标器点击窗口右边的“Beyond Calibration”，即调出该功能的设定界面如下图 35；

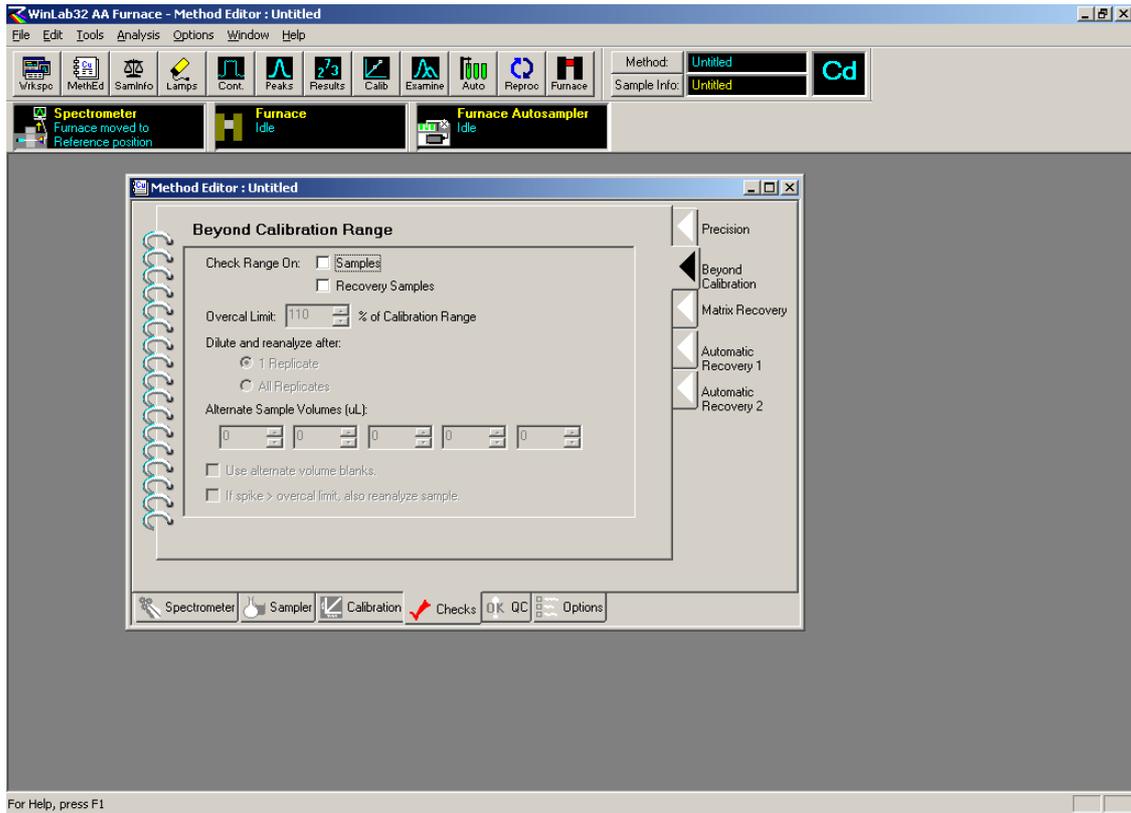


图 35. 超标样品溶液稀释设定页面

2.2.12 首先确定在超标时需要稀释的样品溶液类型, 然后确定超过标准曲线范围多少就要进行稀释, 再设定逐步减少的样品溶液进样量, 最多可设定 5 个溶液体积, 还要指定是在第一次测定发现样品溶液超标就要稀释还是须等到一个样品溶液全部测量次数完成后平均值超标后再稀释. 如果样品空白也需作同样稀释, 则选勾下面倒数第二项. 最后一项用于与加标样品溶液有关的是否同样稀释的选择. 如需进行人工加标回收率试验或进行平行样品处理试验, 则可点击“Matrix Recovery”进入到图 36 所示页面:

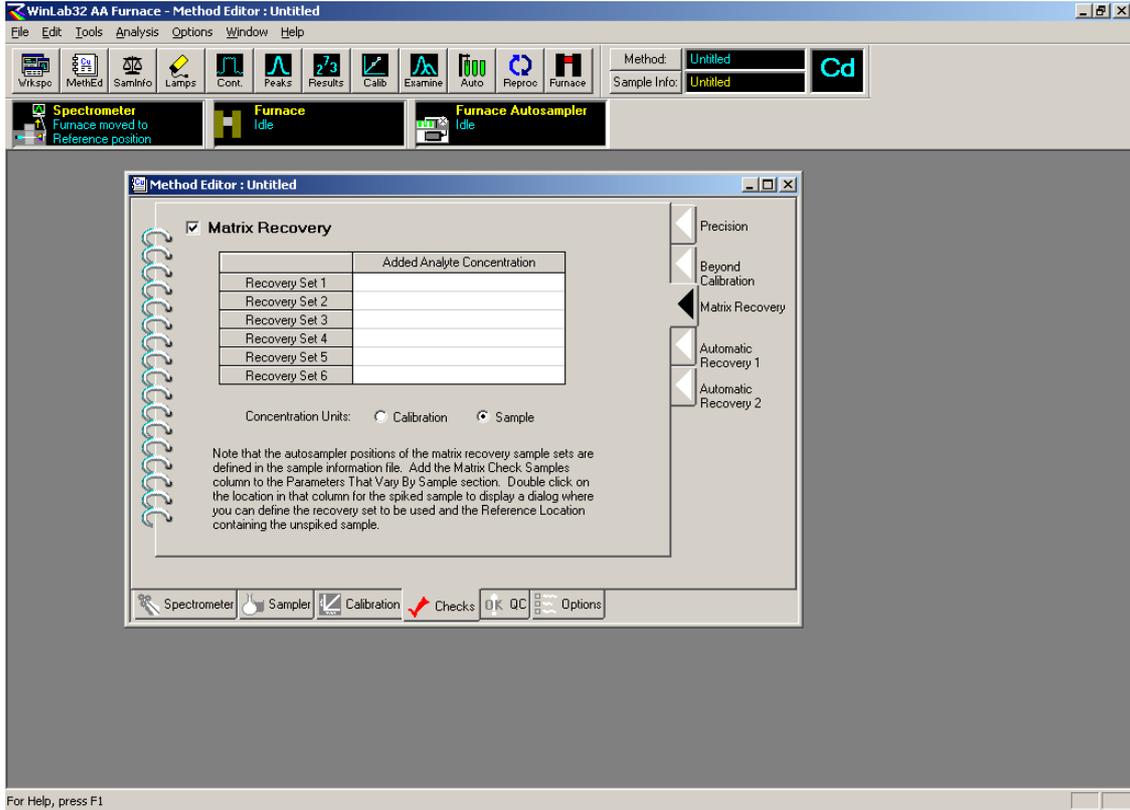


图 36. 人工回收率试验和平行样品处理试验页面

2. 2. 13 右面空格内需要输入的是每一对样品加入的标准浓度(或含量), 它们的位置在样品信息文件中决定. 如需检查样品溶液测量过程中所受到的干扰(样品溶液中测定元素的信号是增强了还是被抑制了), 可进入到自动回收率试验设定页面. 它又被分成两部分, 点击"Automatic Recovery1"进入到第一部分如图 37:

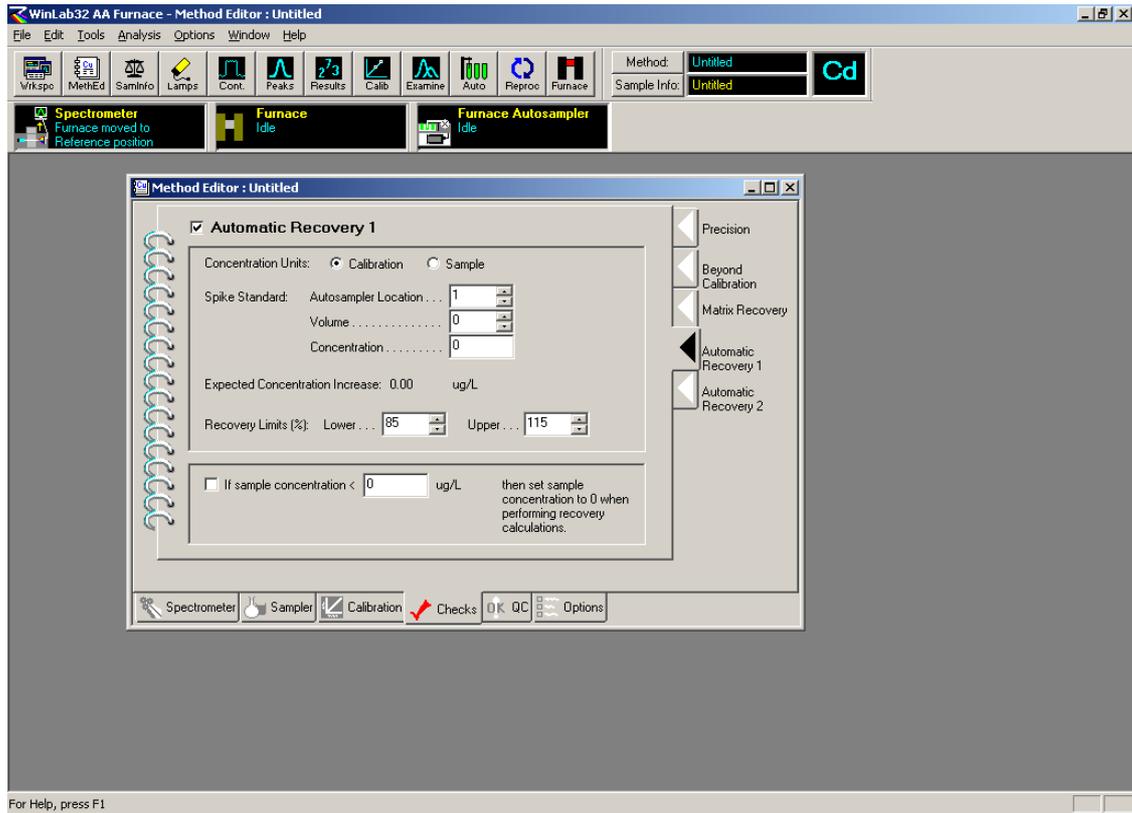


图 37. 自动回收率试验页面 1

2. 2. 14 在此页面中应填入加入到需进行回收率试验的样品溶液中的标准溶液在自动进样器里的位置, 标准溶液的浓度和加入的体积. 设定要求达到的回收率范围. 然后即可进入到第二部分即“Automatic Recovery2”如图 38:

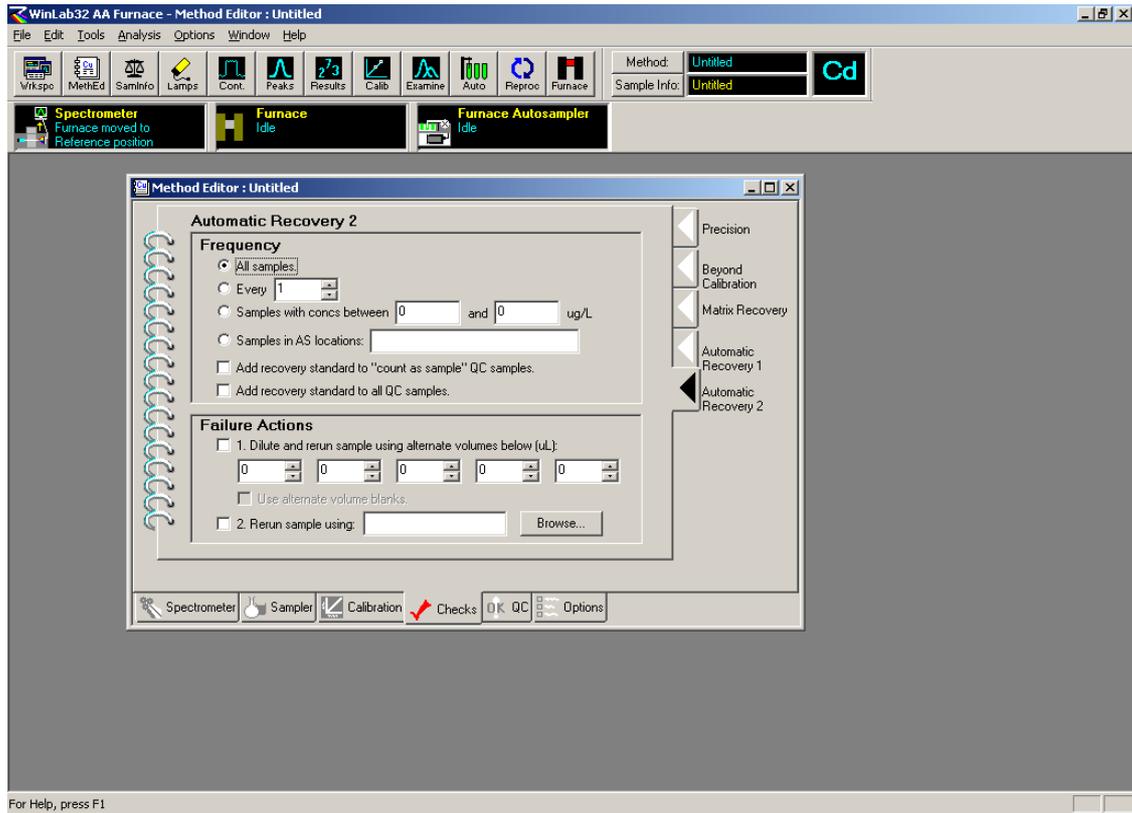


图 38. 自动回收率试验页面 2

2. 2. 15 在此页面中首先决定哪些样品要测定回收率, 可以是所有的样品, 也可以是每隔多少个样品, 还可以是在自动进样器里某些位置的样品溶液; 然后还要决定当样品回收率没有落到早先指定的范围时仪器应选择的动作, 稀释或使用另外的测定方法. 此后即可进入到“QC”页面如下图 39:

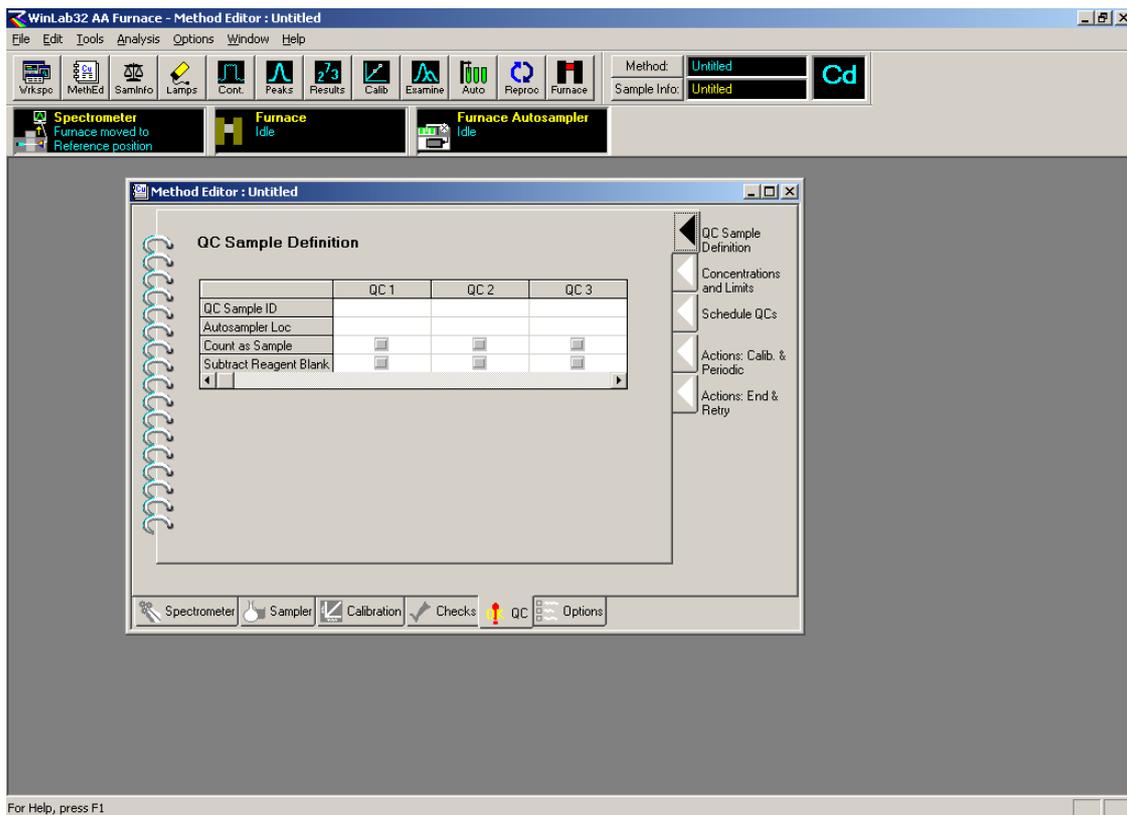


图 39. 方法编辑中的“QC”参数设定页面

2.2.16 “QC”是使用正规的质控标样对测定过程进行全自动控制, 保证测量结果可靠性的一种重要手段. 它又被分为 5 个分页面, 它们分别供输入所使用的质控标样的名称, 放在自动进样器的位置, 是否被当作普通样品一样计数, 是否减试剂空白; 每一个质控标样的浓度或含量及其上下限; 何时测定质控样品; 质控标样测定浓度没有落到已知上下限范围时仪器应采取的步骤. 在上述页面被恰当填入后, 方法编辑可进入到最后页面“Option”如下图 40:

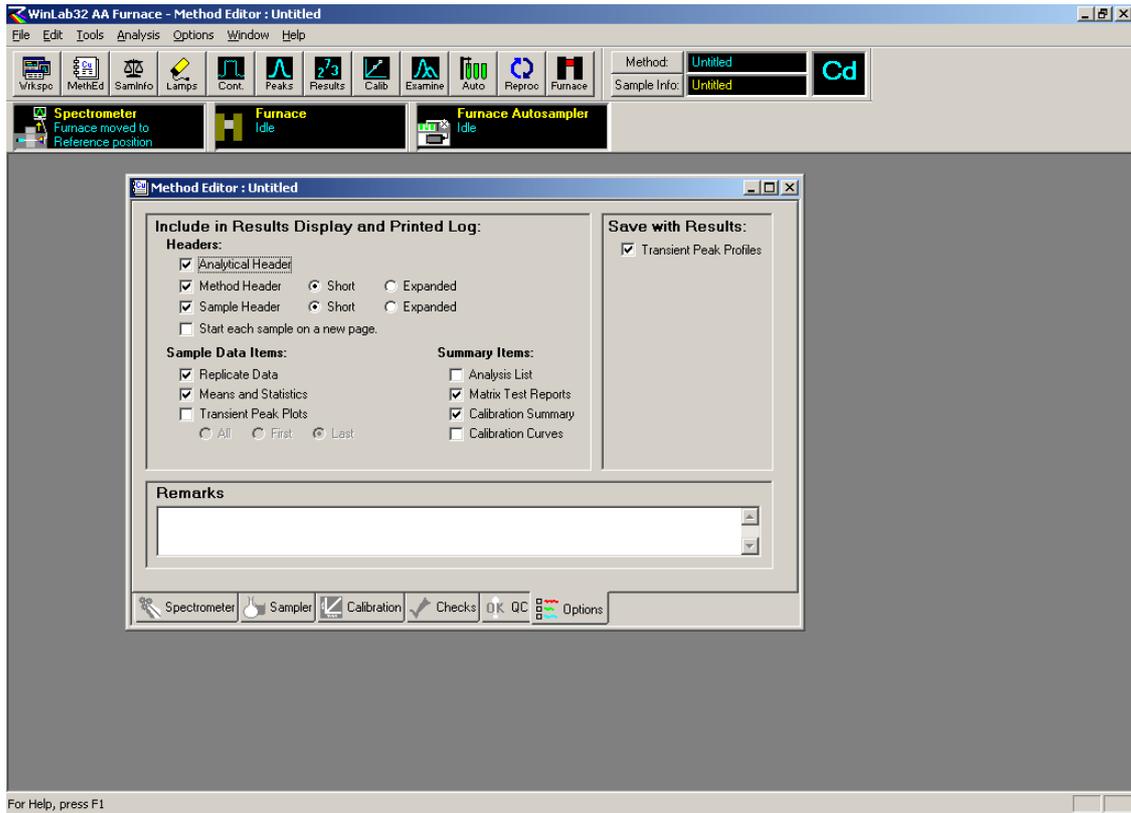


图 40. 方法编辑中的”Option”页面

2.2.17 此页面实际上是一个决定希望在数据结果窗口中显示及在同步打印时出现的项目及其详细程度, 用户可根据自己的实际需要进行选择. 在此页面选择完成后, 即可通过下拉式菜单: 文件→另存为→方法名称, 将所建方法存入到硬盘中待用.

2.3 更换石墨管及石墨管的老化处理

2.3.1 更换石墨管

2.3.1.1 用鼠标器单击 Winlab32 AA 中工具栏中或”Tools”下拉式菜单中的”Furnace Control”命令, 调出石墨炉控制窗口如下图 41:

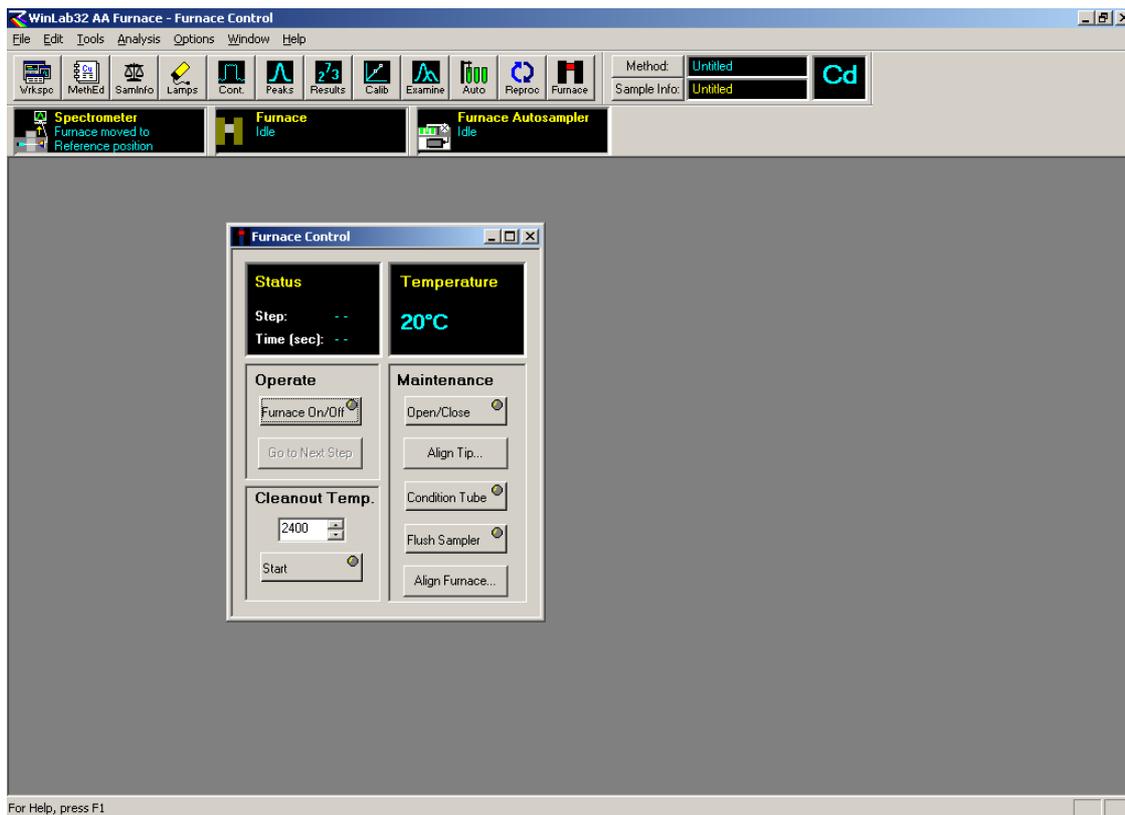


图 41. 石墨炉控制窗口

2.3.1.2 点击上图窗口中的命令“Open/Close”，此时仪器将自动松开由氩气压力锁紧的石墨炉锁定装置，用左手握住该装置的下半部分并向左转，直至这部分不再影响该装置的上半部分向下运动；这时可用右手抓住专用石墨管木夹，夹住石墨管，用左手将锁定装置中的上半部分按下，将石墨管送入石墨炉中合适位置，然后将旋转在左边的锁定装置的下半部分转回到中间，使之对正上半部分，再用鼠标器点击“Open/Close”按钮，此时气体压力将自动缩紧石墨管。

2.3.2 如果装上的是从未使用过的新石墨管，可点击图 31 中的“Condition Tube”，仪器即启动一个包含 9 个步骤的石墨管老化程序，待该程序完成后，再进行其它操作。

2.4 调节自定进样器位置

2.4.1 点击上图中“Align Tip”按钮，屏幕上就会出现对话框如下图 33：

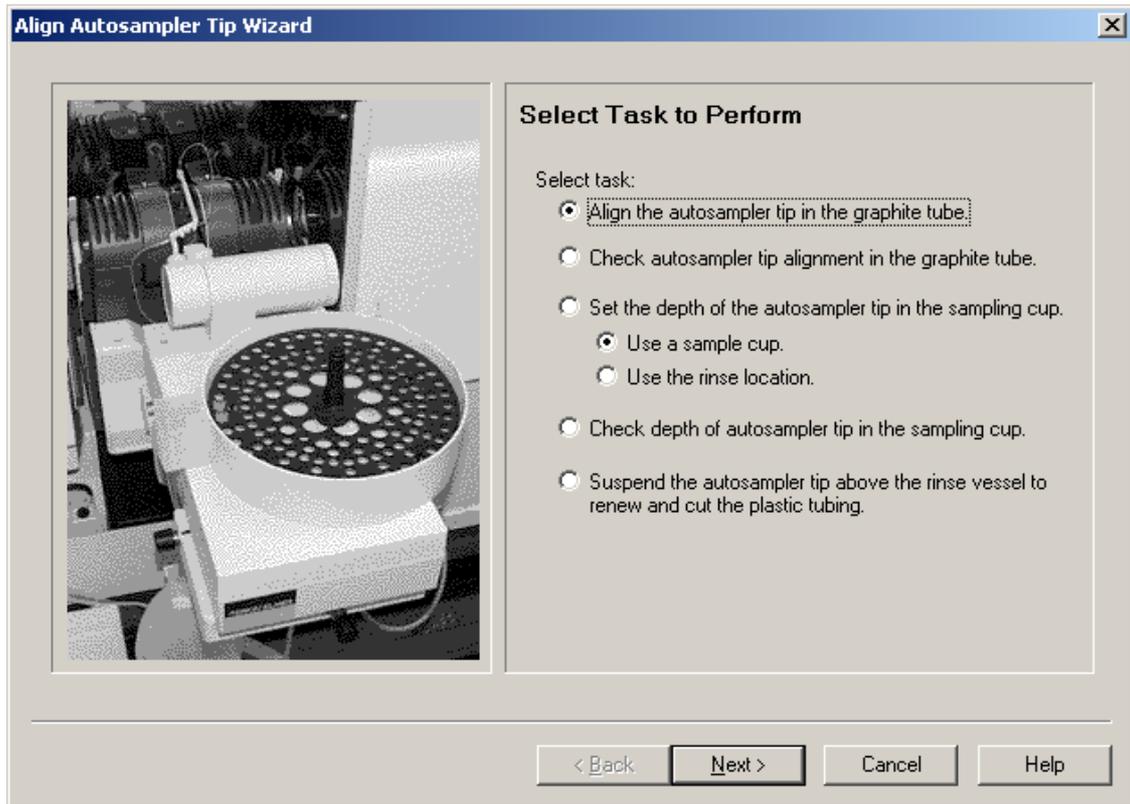


图 42. 自动进样器调节任务选择窗口

2. 4. 2 根据实际操作的要求选择欲调节的项目,可供选择的项目包括自动进样器头相对于石墨管的位置(前后左右及深度),自动进样器进入到样品杯里的深度和让自动进样器头悬浮在上方,以便在必要时更新自动进样器头,如选择调节自动进样器头相对于石墨管的位置则可点击“Next”,进入到下一画面如图 43:

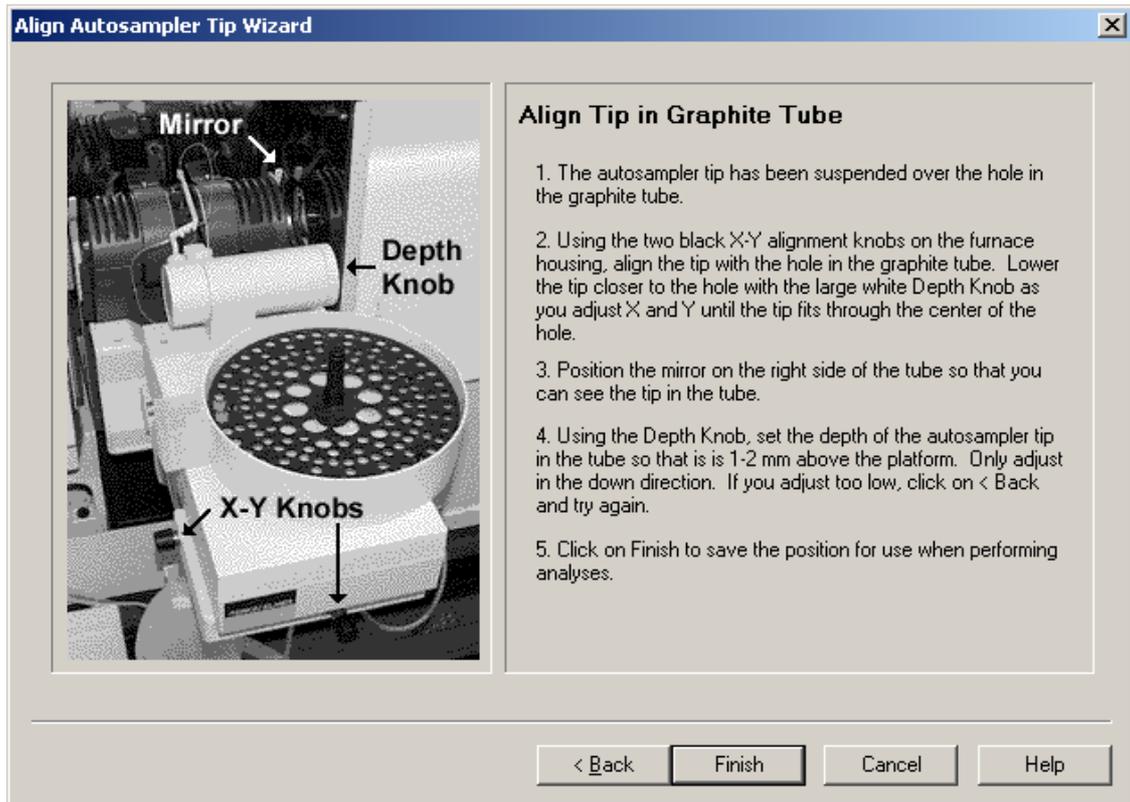


图 43. 自动进样器调节指导

2.4.3 遵循图 43 中的文字指导,用左边的旋钮调节自动进样器头的左右位置,用前面的旋钮调节自动进样器头的前后位置,用右边的旋钮调节自动进样器的深度,在调节深度前应先将固定在石墨炉右边的观察镜放下,对于石墨炉原子吸收法测定的合适的高度应在平台上方 1-2 毫米.在完成调节后,点击“Finish”;如还需调节或核验其它项目,可点击“Back”,回到图 43 的画面,选择任务,待所有调节完成后,再点击“Finish”,结束自动进样器位置调节操作,同时不要忘记将观察镜从光路上移走.

2.5 样品测定

2.5.1 将欲测定的样品溶液和标准溶液放在自动进样器上各自位置,并建立相应的样品信息文件;

2.5.2 调出工作桌面(Work Space),如图 44;

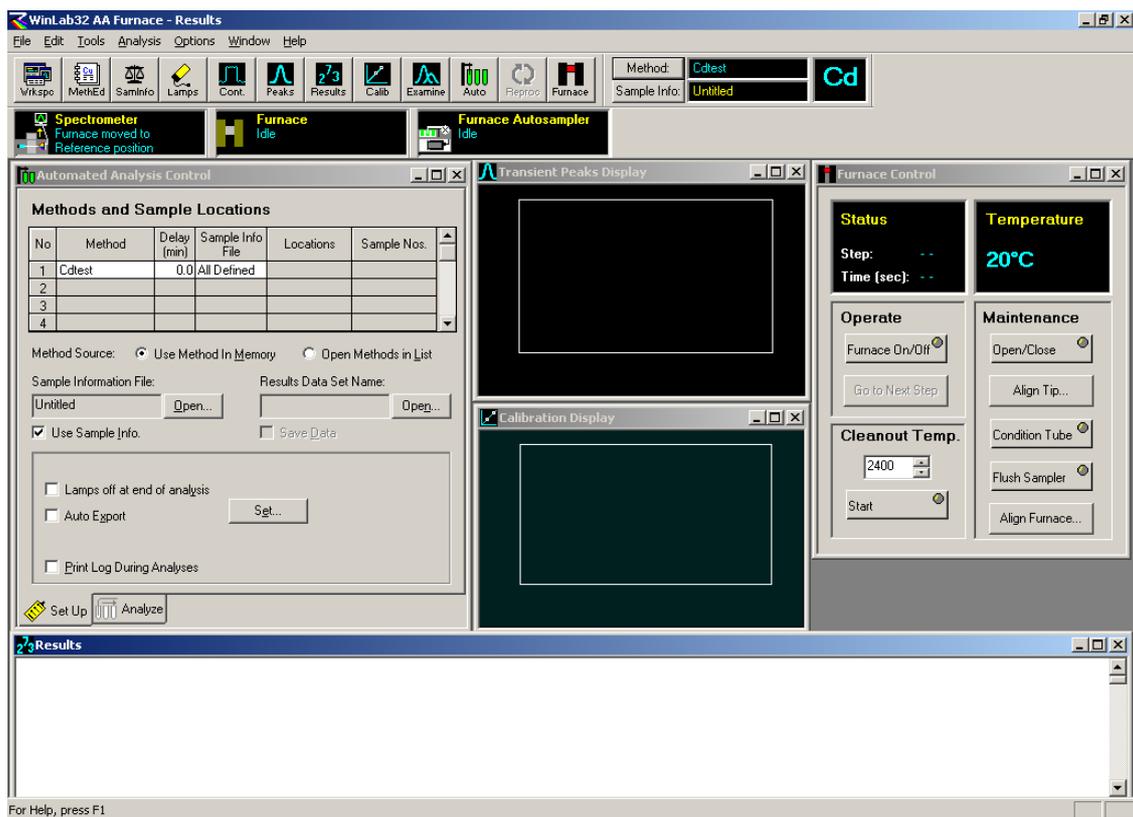


图 44. 常用的石墨炉原子吸收全自动测定工作桌面

2.5.3 双击“Method”下方的空格,从出现的已存方法表格中调出欲使用的分析方法;如若全自动测定多个元素,应事先将方法来源选为“Open Method in List”;

2.5.4 在“Results Data Set Name”的空格内输入将要存入测定数据的数据结果文件名称;

2.5.5 在“Sample Information File”空格内调入此次测定欲使用的样品信息文件名称;

2.5.6 在测定控制窗口中输入每一元素欲测定的样品编号或在自动进样器里的位置;还可指定每一元素开始测定的延迟时间,以便灯进行预热;选择是否在测定结束后自动将灯熄灭和在测定过程中是否打印数据.

2.5.7 在以上所有操作步骤及分析参数设定完成后,点击自动控制窗口中的“Analysis”,进入到仪器测定界面如下图 45:

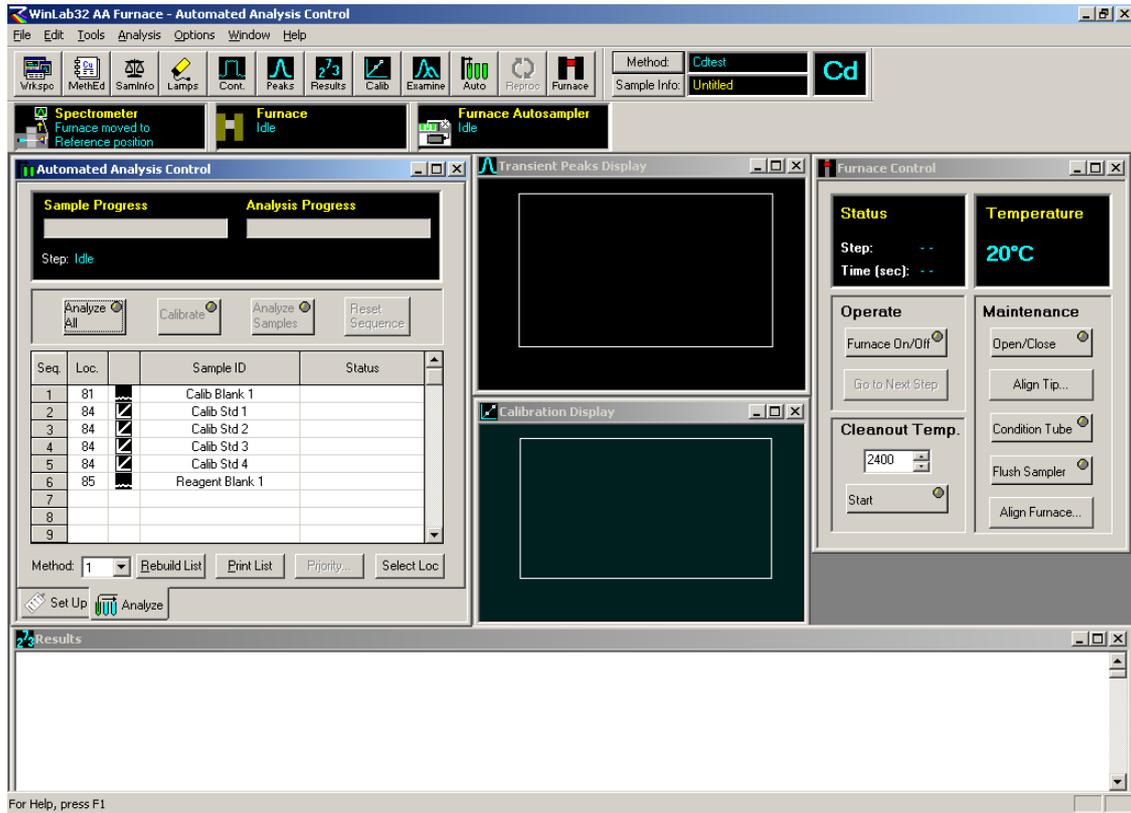


图 45. 样品测定操作画面

2.5.8 根据需要完成的测定元素多少及需要完成的测定任务,选择“Calibrate”,“Analyze Samples”或“Analyze All”,仪器即开始进行测定,直至完成.

2.6 关机

2.6.1 关氩气钢瓶;

2.6.2 在“Lamps”窗口中点击“On/Off”按钮,使所有点着的灯熄灭;

2.6.3 通过下拉式菜单 Windows→Close All Windows 关掉所有打开的窗口;

2.6.4 通过下拉式菜单 File→Exit 离开 WinLab32 AA 应用软件;

2.6.5 关仪器主机电源;

2.6.6 关排风;

2.6.7 关计算机.

3. 数据处理

3.1 出报告

3.1.1 在 Winlab32 AA 窗口打开的情况下,点击下拉式菜单 File→Utility→Data Manager 或从 Programs→PerkinElmer Winlab32 for AA→Data Manager 进入到数据处理页面如下图 46:

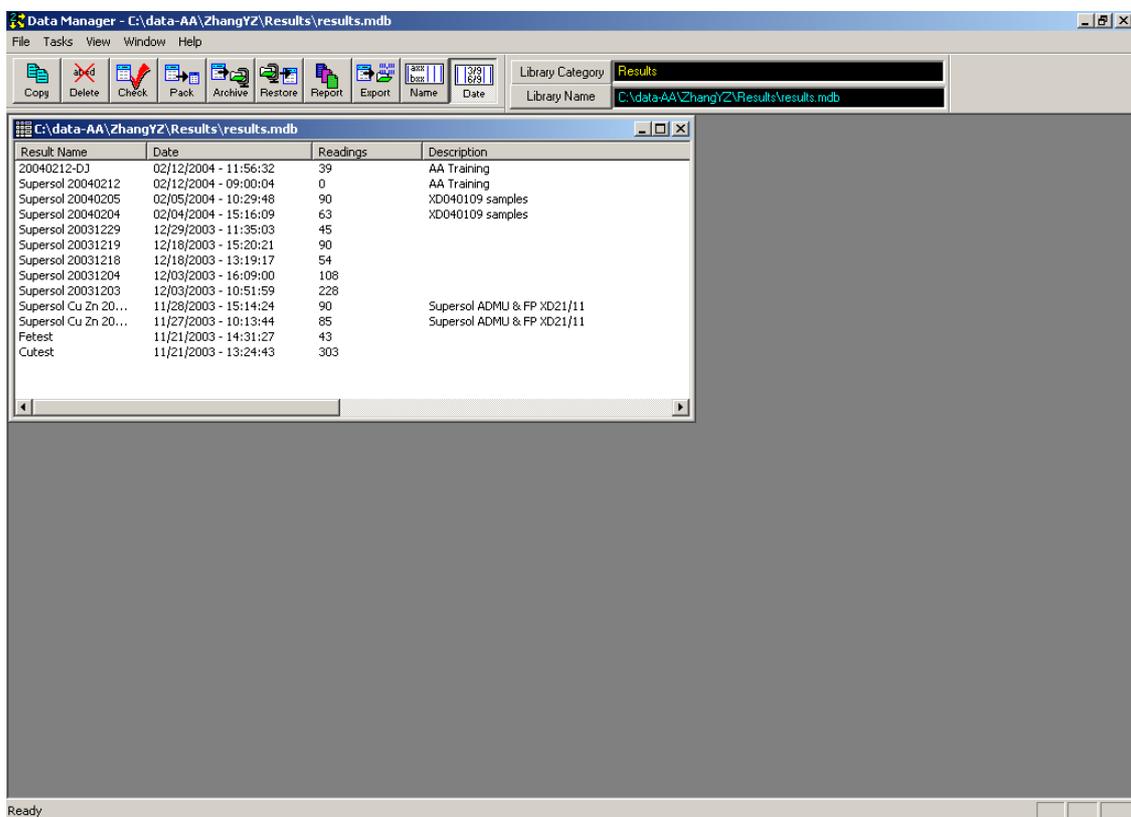


图 46. Winlab32 AA 中的数据处理页面

3.1.2 选择将要使用的数据结果文件,然后点击工具栏中的“Report”,屏幕上即会出现画面由图 47 变为图 48:

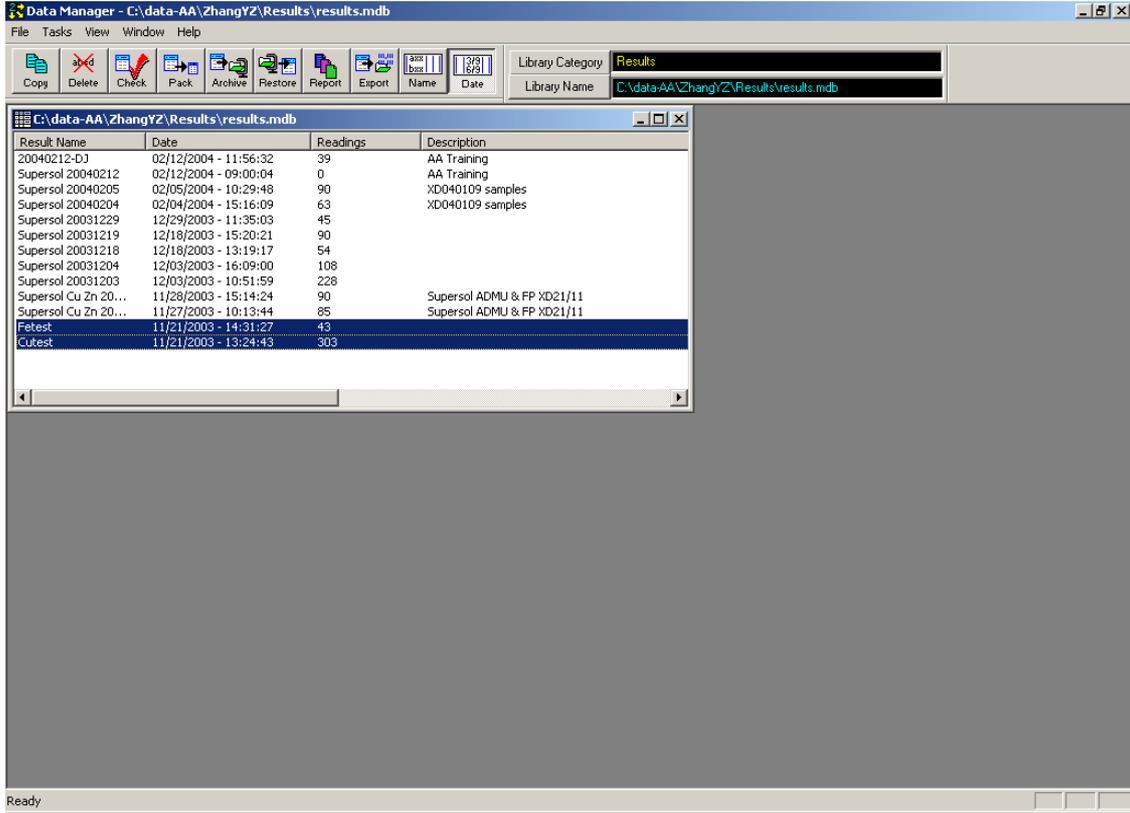


图 47. 选中欲使用的数据结果文件

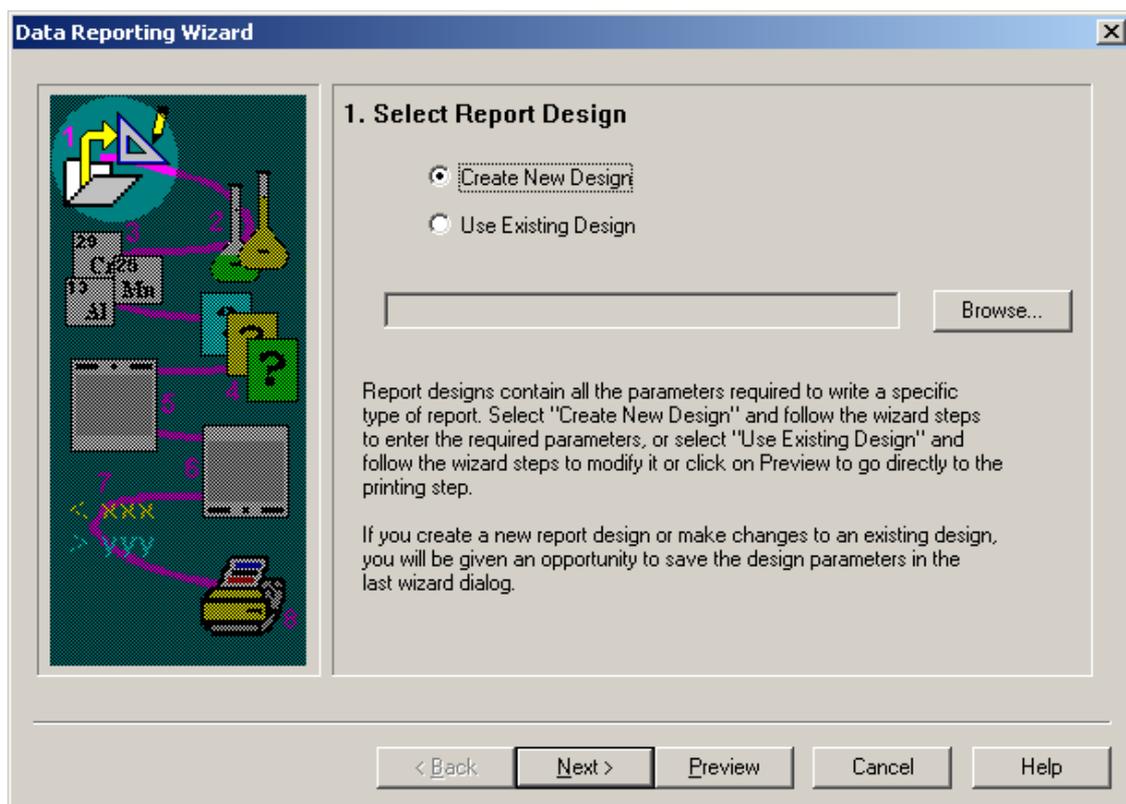


图 48. 报告格式选择画面

3.1.3 如欲使用早先已经设计好的报告格式, 可选击“Use Existing Design”, 然后点击“Browse”, 从随后出现在屏幕的列表中选择合适的报告格式进行预览, 打印. 如需创建新的格式, 可点击“Create New Design”, 此时屏幕上出现画面如图 49:

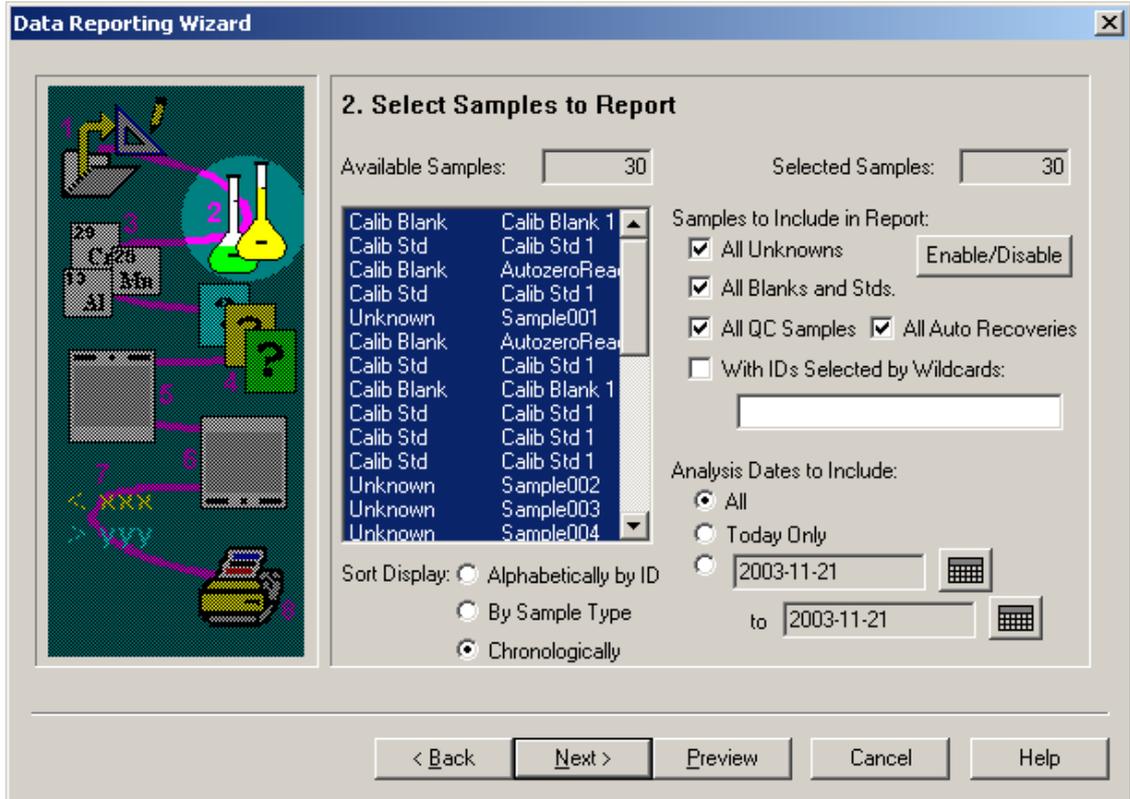


图 49. 选择需要列入报告中的样品

3.1.4 在图 49 中,用户可以选择报告中要显示的只是未知样品的测试结果,还是也要列出空白溶液和标准溶液的吸光度,或者还包括质控样品和做自动回收率测试的样品的数据.用户还可选择哪一天或哪一时间段测定的样品数据将被列入报告.而样品数据按照什么规则进行排列则由用户通过“Sort Display”加以选择.在这些项目选择完毕后,点击“Next”,屏幕上出现画面如下图 50:

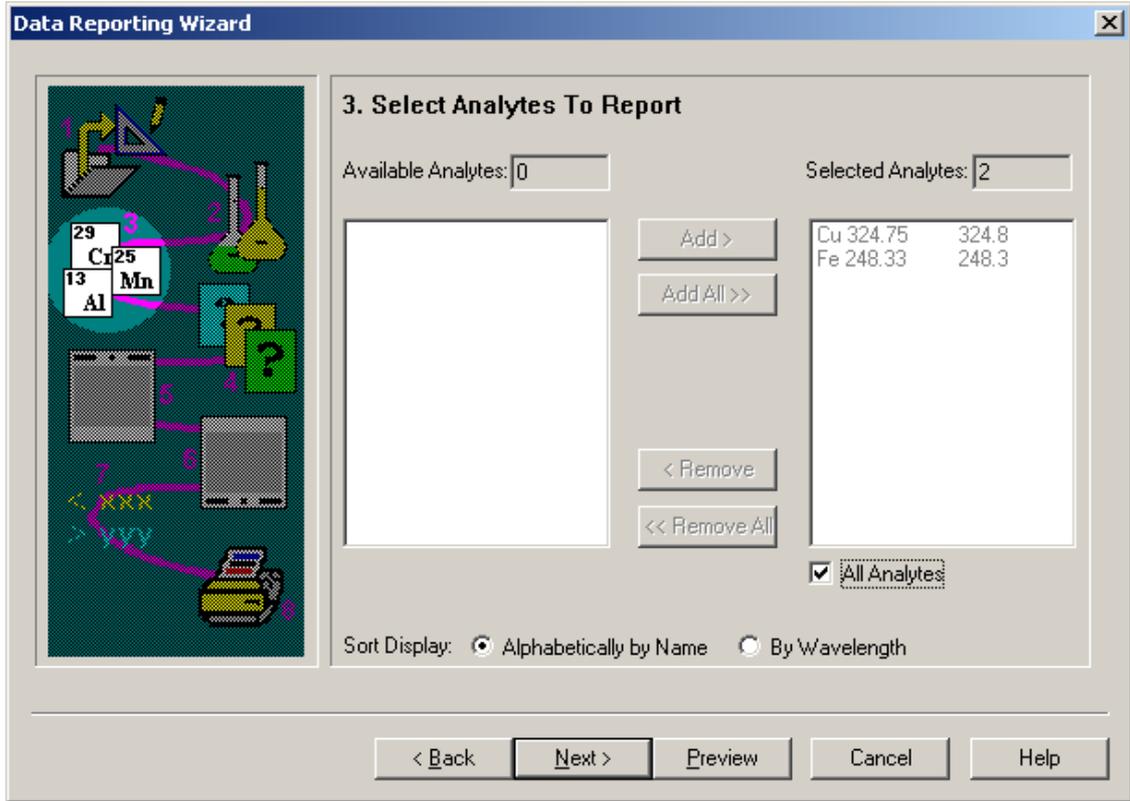


图 50. 欲列入分析报告中的分析元素选择画面

3.1.5 在分析报告中将要列出的分析元素确定以后,点击“Next”,就会在屏幕上出现画面如图 51 所示:

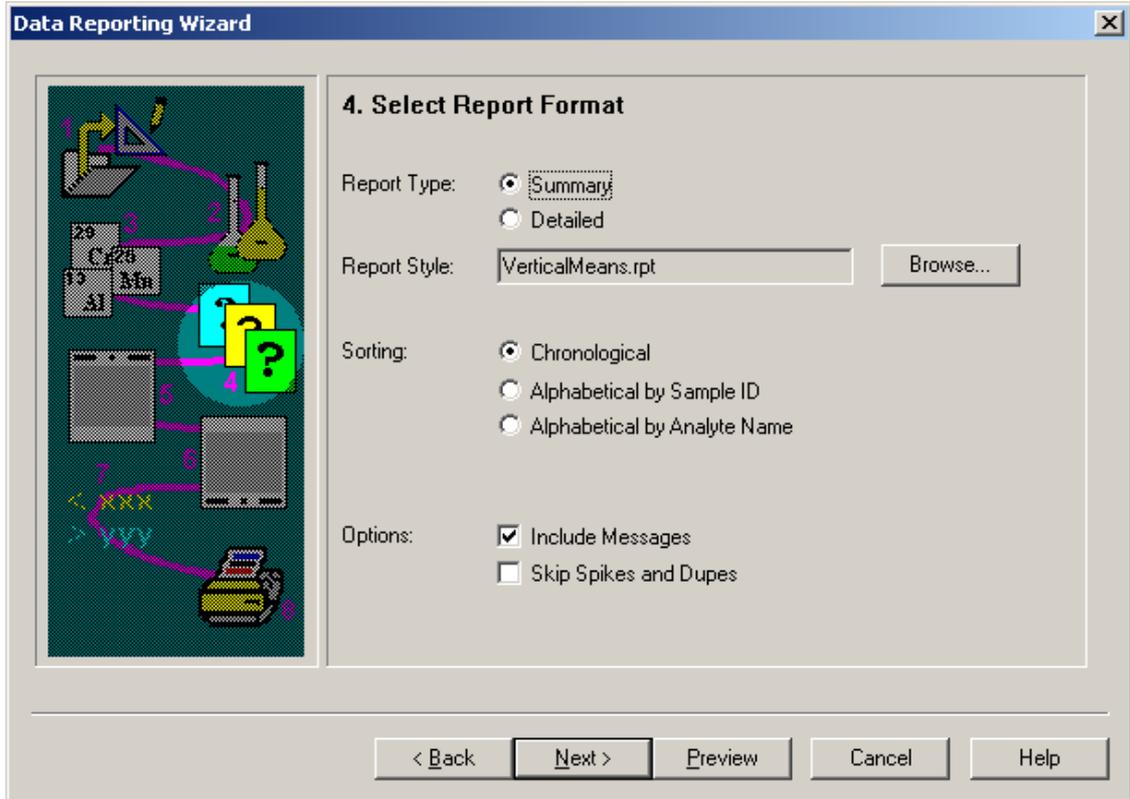


图 51. 报告排列选择画面

3.1.6 在上图 51 中,用户要选择的项目包括:是详细内容报告还是简略内容报告;不同元素数据结果如何排列;不同样品数据如何排列;报告中是否包括测定时的信息及是否跳过加标回收和平行样测定数据.这些项目选择完成后,点击“Next”,进入到如下图 52 画面:

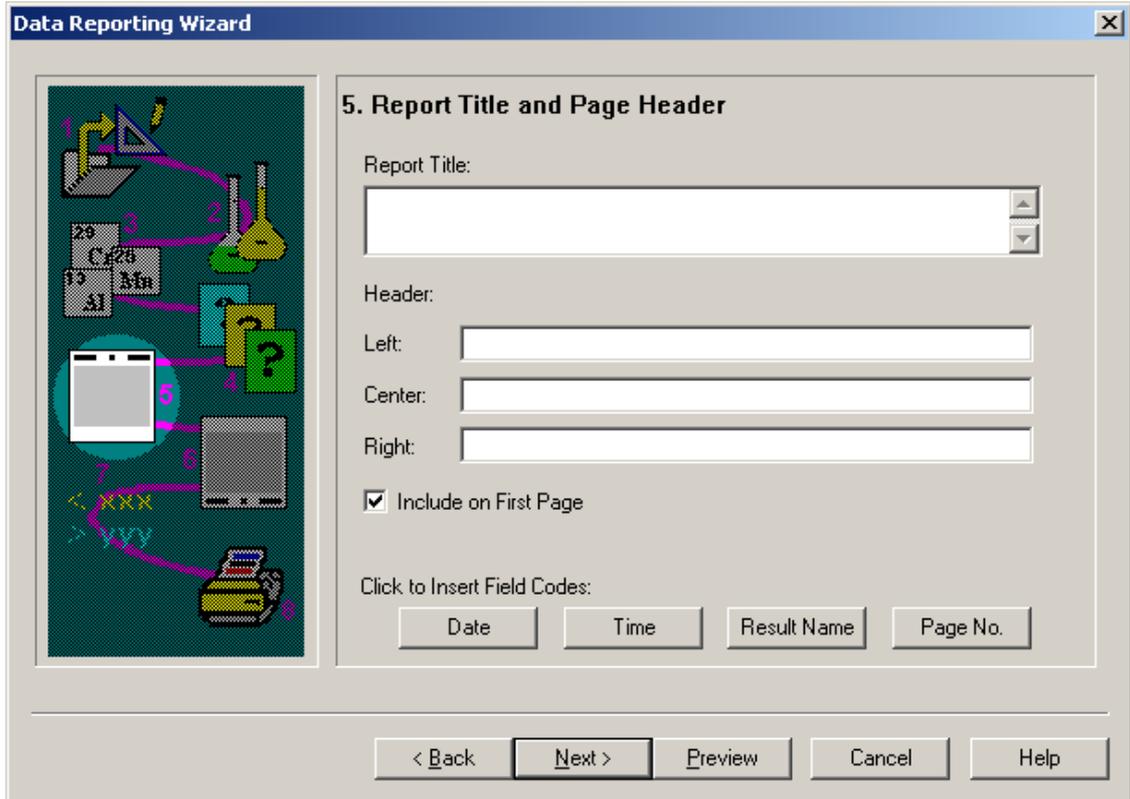


图 52. 报告题目和页头文字输入画面

3.1.7 在上图的空格中,报告编纂人可输入报告的题目以及每一页的页面上方左,中,右部分显示的内容;还可通过下图 53 输入每一页页面下部希望显示的内容,包括报告编辑的日期,时间等,还可在报告的结束部分加入对该报告的必要解释和说明.

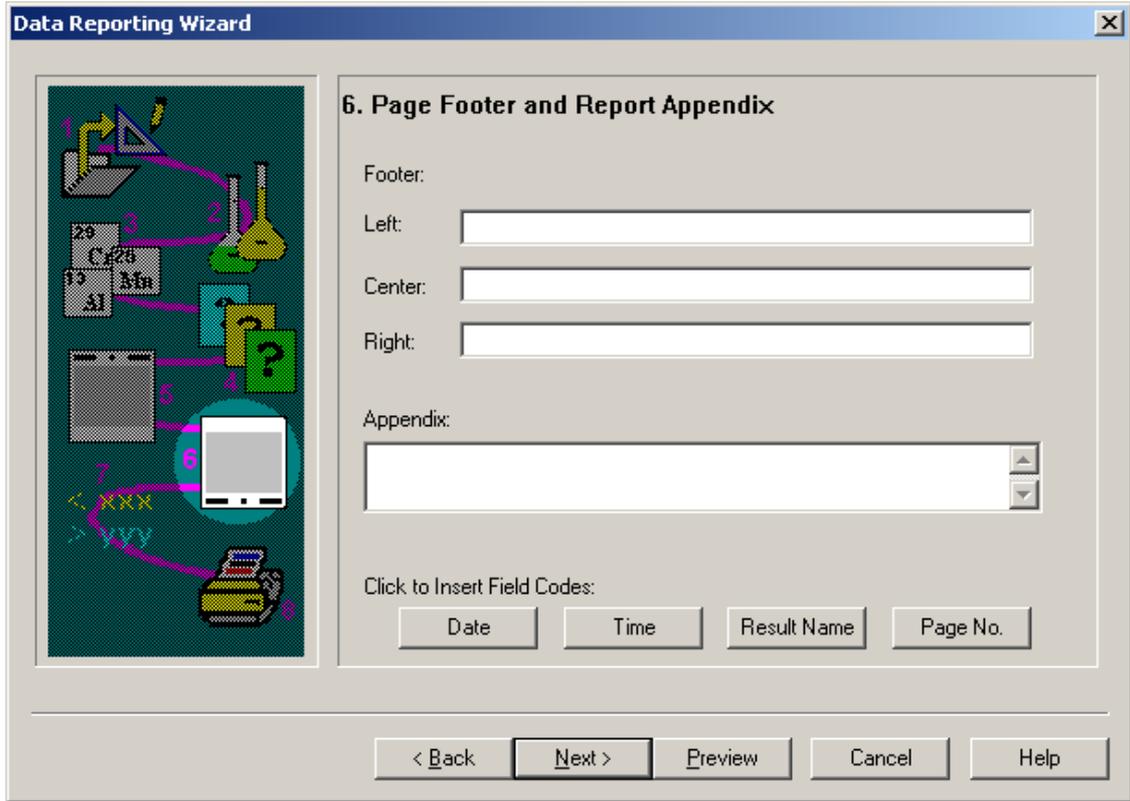


图 53. 报告页面下部和报告结束处内容输入画面

3.1.8 点击上图中的“Next”，软件将进入到的画面可以供用户对低于某个下限或高于某个上限的测量结果进行特别显示，以便引起报告阅读人的特别注意。此画面如图 54：

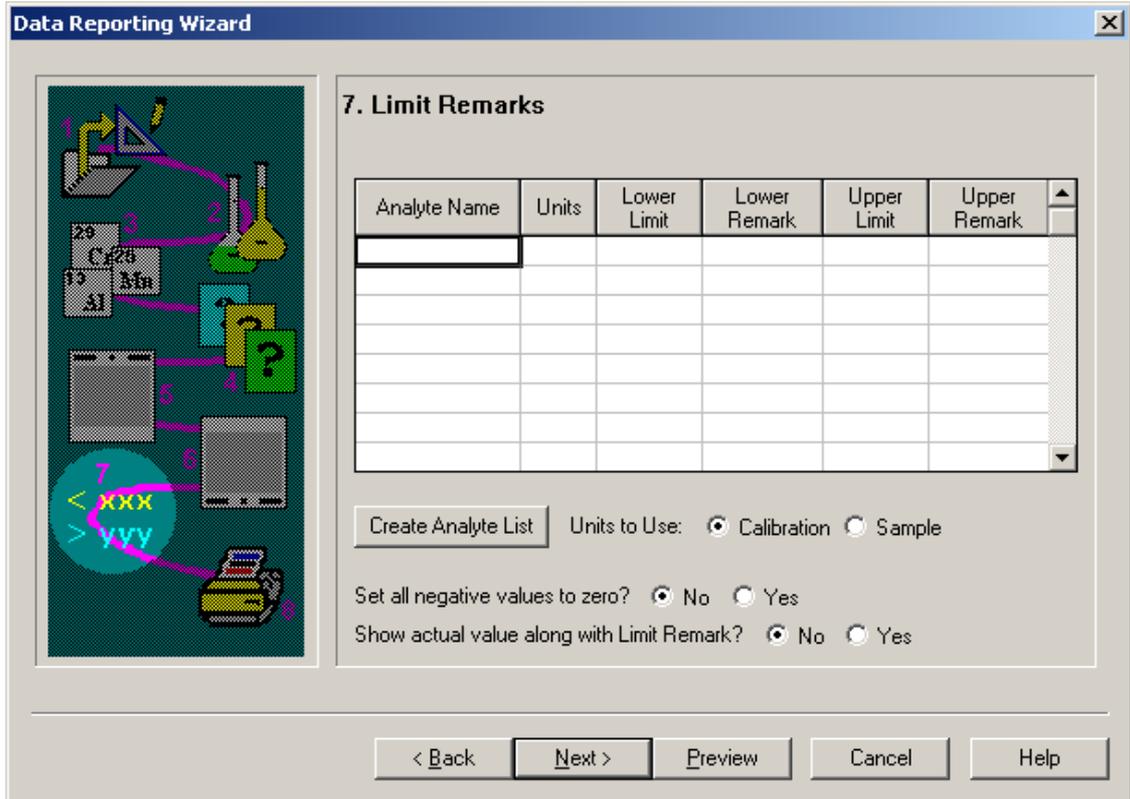


图 54. 报告结果上下限设定页面

3.1.9 至此,一个完整的报告已经编辑完成,可以预览,也可打印.如要将该报告存在计算机中,可再点击“Next”,然后选击“Finish”即可.

3.2 文件删除

3.2.1 在数据管理应用软件首页点击“Library Category”,再在随后出现的对话框上选择“Results”或“Methods”,即会在屏幕上显示出一张列有已存文件名称的表格,选中一个或多个文件,如下图 55 所示:

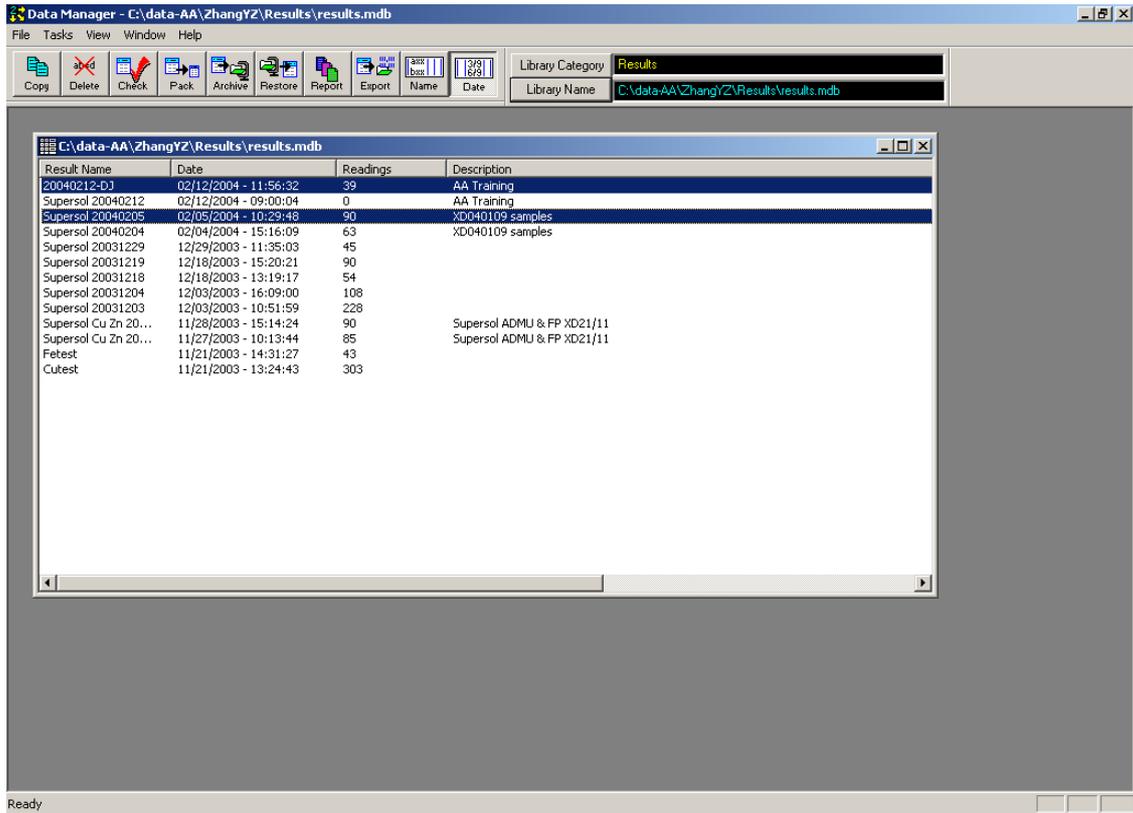


图 55. 选中要删除的文件

3.2.2 用鼠标器点击“Data Manager”上方工具栏中的“Delete”，表中被选中的文件即被删除。