

原子吸收光谱仪维修及期间核查案例分析

邓雄鹰

(广西河池市疾病预防控制中心, 广西 池河 547000)

1 前言

原子吸收光谱仪是实验室常见的元素分析设备,可配有石墨炉和火焰两种原子化测量方式。仪器在经过一定的使用周期后,常因配件损耗老化或者维护不善等各种问题出现故障。本文通过分析 Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪一起冷却循环水故障解决案例,详细展示仪器的故障现象、原因排查和维修解决过程;随后按照仪器期间核查规程,使用镉和铜两种标准物质溶液分别对石墨炉和火焰测量方法进行一次全面的期间核查,详细描述核查操作的具体过程并对核查结果进行分析确认,具有较好的代表性和可操作性,与读者分享学习。

2 故障原因分析及解决

1、仪器配置: Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪,配石墨炉和火焰原子化器,莱伯泰科冷却循环水机,控制软件 Thermo SOLAAR。



图 1 Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪

2、故障现象:原子吸收光谱仪正常运行测试程序时,突然跳出错误提示框“MD1064 石墨炉冷却水太热”!根据提示,查看冷却循环水机,发现水温显示 30 度,异常过高的水温!立即停止测试,重启水机,设置水温 20 度,待温度显示正常后,重新运行测试程序。

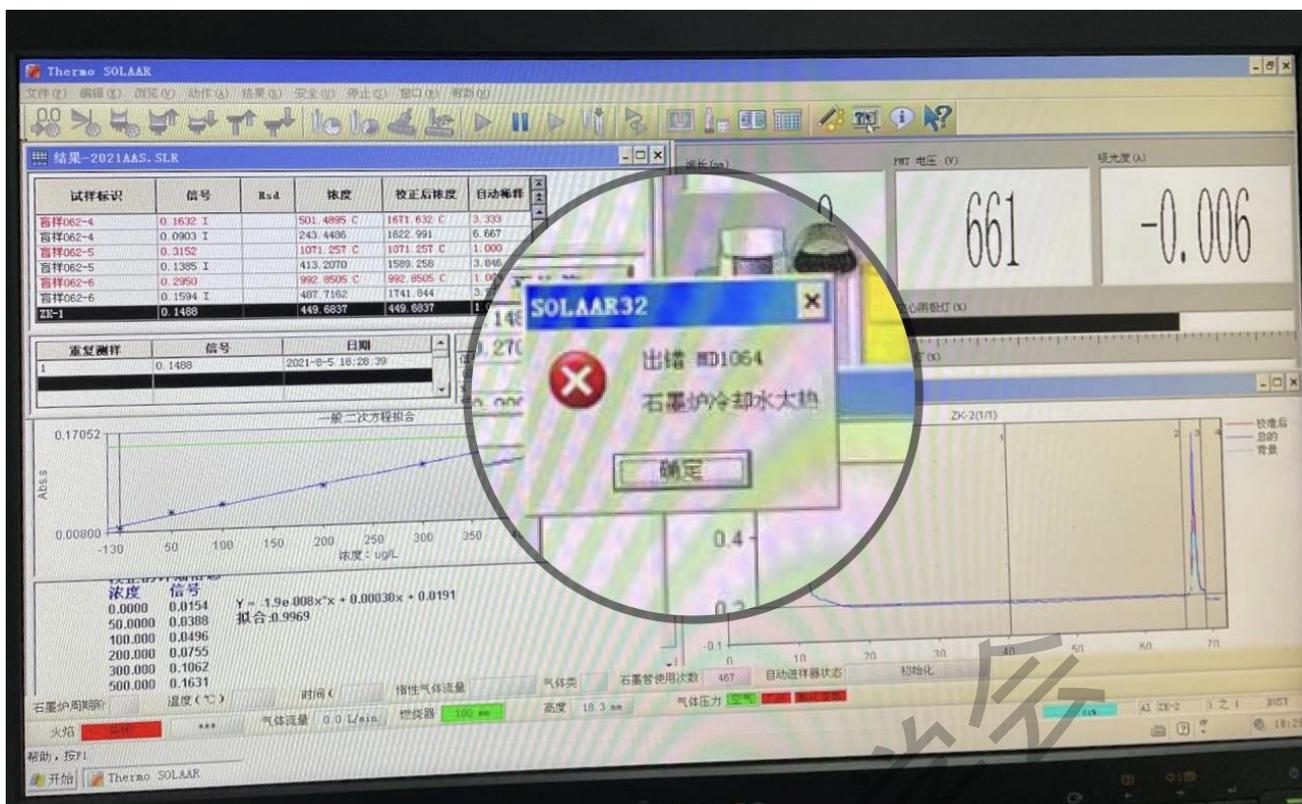


图2 仪器故障表现之一

3、原因排查：重新运行测试程序约半个小时，仪器再次跳出错误提示框“MD1049 石墨炉冷却水流量太低”并停止运行！分析认为反复出现冷却水错误提示，极可能是冷却水管路水压有问题，怀疑管路有堵塞？！再与该仪器管理员沟通，表示仪器自安装使用至今（大约四年时间）未曾更换过冷却循环水！了解到这一情况，更加确定问题所在！最后咨询售后热线，也确认了故障的最大可能原因就是冷却水入口滤网堵塞！



图3 仪器故障表现之二

4、维修解决：确定问题所在后，准备好相应工具，开始动手维护。绿色管路是冷却循环水进入石墨炉的入口，黄色管路是出口。

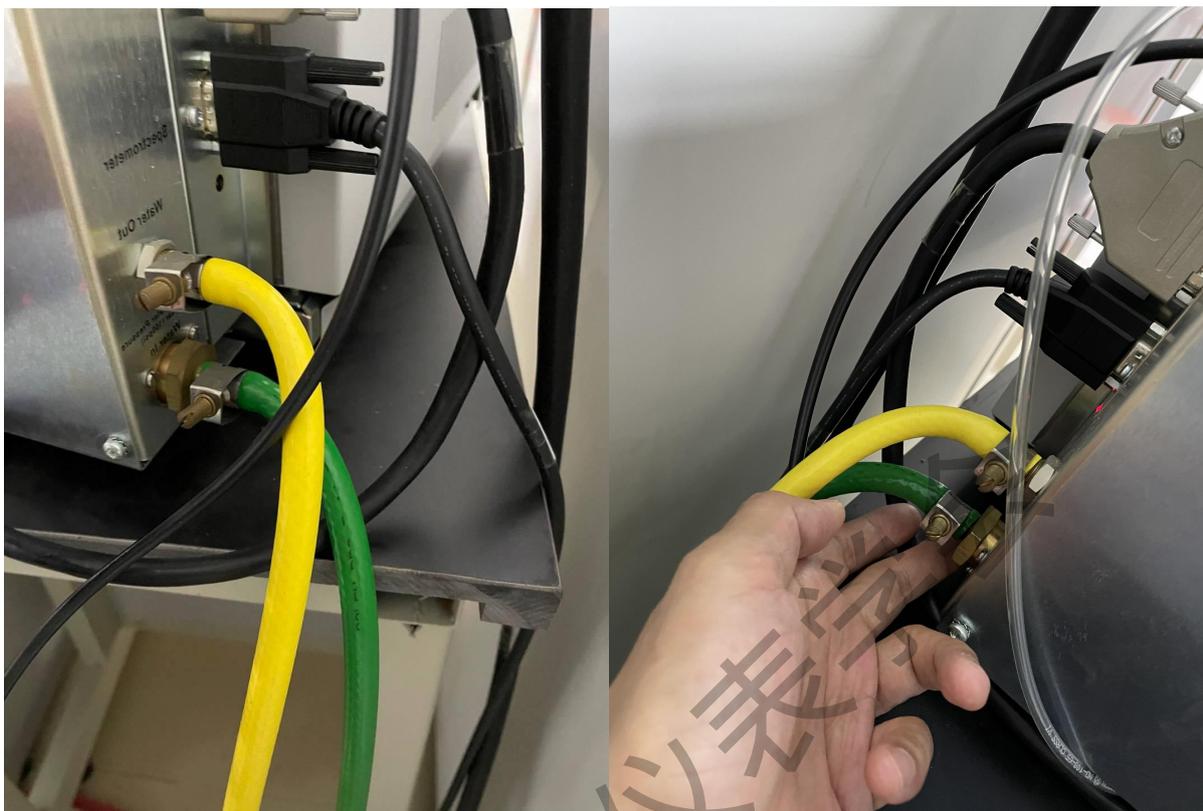


图4 故障点确定

5、维护过程一：使用合适的扳手轻轻拧下绿色管路的固定螺帽。



图5 拆卸冷却循环水进水端

6、维护过程二：观察拧下来的绿色进水口端，有一片圆形金属滤网，上面布满了很多水垢，碎屑细沙状物！这就是仪器故障的“罪魁祸首”！是冷却循环水中杂质长期积留于此造成堵塞所致！



图 6 进水端滤网污垢

7、故障解决：取下金属片滤网，用超纯水清洗干净，再对密封圈，接口螺帽内壁等处进行彻底清洗，擦干后重新原样安装好。打开冷却循环水机，设置好温度。再重启仪器再次进行测试，结果恢复正常，再没有冷却水错误提示！仪器故障解决！



图 7 清洗滤网，重新安装

3 仪器期间核查操作及结果确认

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，有导致仪器稳定性可能出现改变的情况时，需要对仪器进行期间核查。仪器期间核查程序如下：

原子吸收光谱仪期间核查

版号：***** 文件编号：*****

1. 目的
为保证原子吸收光谱仪的性能正常, 确保检验结果的质量和检测工作的顺利进行, 在仪器设备两次检定之间, 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
本期间核查适用于珀金埃尔默 PE 900T 型和赛默飞 ICB 3500 型原子吸收光谱仪。..

3. 职责
保管人员负责对原子吸收光谱仪进行期间核查, 核查时间可根据具体情况而定, 但两次检定/校准时间间隔内核查不能少于一次, 并把核查结果如实记录、存档。..

4. 核查项目及评估方法
4.1 线性误差: 火焰原子化器 $\leq 10\%$ 石墨炉原子化器 $\leq 15\%$ 。
4.2 测量重复性: 火焰原子化器 $\leq 1.5\%$ 石墨炉原子化器 $\leq 5\%$ 。..

5. 核查方法
5.1 主要核查材料
5.1.1 空心阴极灯: Cu、Cd。
5.1.2 标准溶液: 空白: 3% HNO_3 溶液; 铜: 0.50, 1.00, 3.00 $\mu\text{g/ml}$; 镉: 0.5, 1.00, 3.00 $\mu\text{g/L}$ 。..

5.2 核查步骤
5.2.1 火焰原子化法: ..
将仪器各参数调至正常工作状态, 用空白溶液调零, 选择系列 0.0, 0.5, 1.0, 3.0 $\mu\text{g/ml}$ 铜标准溶液, 对每一个浓度点分别进行三次吸光度重复性测定, 取平均值后, 按线性回归法计算相关系数, 然后测 1.0 $\mu\text{g/ml}$ 铜标准溶液, 比较实测值与标准浓度得到线性误差。选择系列标准溶液的某一浓度溶液, 进行七次测定, 求出其相对标准偏差 (RSD), 即为测量重复性。..

5.2.2 石墨炉原子化法: ..
将仪器各参数调至正常工作状态, 选择系列 0.0, 0.5, 1.0, 3.0 $\mu\text{g/L}$ 铜标准溶液, 对每一个浓度点分别进行三次吸光度重复性测定, 取平均值后, 按线性回归法计算相关系数, 然后测 1.0 $\mu\text{g/L}$ 铜标准溶液, 比较实测值与标准浓度得到线性误差。选择系列标准溶液的某一浓度溶液, 进行七次测定, 求出其相对标准偏差 (RSD), 即为测量重复性。..

6. 质量记录
《仪器设备期间核查记录表》和《原子吸收光谱仪期间核查原始记录》。..

7. 支持性文件
原子吸收分光光度计检定规程 (JJG 694-2009) ..

*****批准 *****实施

2、期间核查测试前准备，调试仪器至最佳状态，配制相关试剂和标准物质溶液，如下：

原子吸收光谱仪期间核查原始记录

被核物名称: Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪.	被核物编号: *****.
标准物名称: 铜、铜.	标准物编号: GBW 08615、GBW08612.
核查依据: *****/Y07-S2-197.	核查时间: 2023.03.14.
核查指标: 线性误差、测量重复性.	环境条件: **** °C **** %RH.
仪器条件:	石墨炉法: 根据仪器性能调至最佳状态, 仪器测试条件: 波长 $\lambda=228.8\text{nm}$; 狭缝 0.5nm; 灯电流 4mA; 干燥温度 105 °C, 30s; 灰化温度 600 °C, 20s; 原子化温度 1800 °C, 3s; 净化温度 2500 °C, 3s; 背景校正为塞曼效应. 火焰法: 根据仪器性能调至最佳状态, 仪器测试条件: 波长 $\lambda=324.8\text{nm}$; 光谱通带 0.5nm; 灯电流 6mA; 空气流量 9L/min; 乙炔流量 2L/min; 灯头高度 6mm; 氩灯背景校正.
标准液:	石墨炉法: 铜标准储备液: $\rho(\text{GBW08612})=1000\mu\text{g/mL}$ 定值日期: 2022年7月 有效期: 5年. 标准使用液: 每次吸取铜标准储备液 10.00mL 于 100mL 容量瓶中, 加 2% 硝酸溶液至刻度, 如此经多次稀释成浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准使用液. 火焰法: 标准储备液: $\rho(\text{GBW 08615})=1000\mu\text{g/mL}$ 定值日期: 2022年7月 有效期: 5年. 标准使用液: 每次吸取铜标准储备液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中, 加 2% 硝酸溶液至刻度, 摇匀. 如此多次稀释至每毫升相当于 10.0 μg 的铜标准使用液.
操作步骤:	一、石墨炉法: 以铜标准溶液测试曲线序列 0, 0.5, 1.0, 3.0 $\mu\text{g/L}$, 进样 10 μL 同时注入基体改进剂 5 μL 磷酸二氢铵-硝酸钽溶液, 再进样 1.0 $\mu\text{g/L}$ 和 3.0 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液, 求得线性误差 S 和测量重复性 (相对标准偏差 RSD). 二、火焰法: 以铜标准溶液测试曲线序列 0, 0.5, 1.0, 3.0 $\mu\text{g/mL}$, 同法求得 S 和 RSD.
计算公式:	线性误差 $S = \frac{(X - X_{\text{标}})}{X} \times 100$ 测量重复性 (相对标准偏差) $RSD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\bar{x}} \times 100$
记录:	详见仪器测定记录.

核查人: *** 复核人: *** (第 页)

原子吸收光谱仪期间核查原始记录

被核物名称: Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪.	被核物编号: *****.						
火焰原子化法.							
1. 标准曲线.							
浓度 (mg/L).	0.50.	1.00.	3.00.				
吸光度.	0.1116.	0.2144.	0.6082.				
标准曲线方程及相关系数: 详见仪器测定记录.							
2. 线性误差: $S = 3.71\%$.							
测量次数.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
测定值.	均值: 1.0371.						
3. 测量重复性: 相对标准偏差 1.0 $\mu\text{g/L}$ Cu 标准溶液测定 7 次, RSD=0.40%.							
测量次数.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
吸光度.	0.2156.	0.2158.	0.2150.	0.2147.	0.2166.	0.2155.	0.2170.
石墨炉原子化法.							
1. 标准曲线.							
浓度 ($\mu\text{g/L}$).	0.50.	1.00.	3.00.				
吸光度.	0.0604.	0.1035.	0.2512.				
标准曲线方程及相关系数: 详见仪器测定记录.							
2. 线性误差: $S = 5.94\%$.							
测量次数.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
测定值.	均值: 0.9406.						
3. 测量重复性: 相对标准偏差 1.0 $\mu\text{g/L}$ Cu 标准溶液测定 7 次, RSD=1.70%.							
测量次数.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
吸光度.	0.1002.	0.1022.	0.0970.	0.0991.	0.1010.	0.1012.	0.1005.

核查人: *** 复核人: *** (第 页)

3、仪器期间核查测试结果见下图:

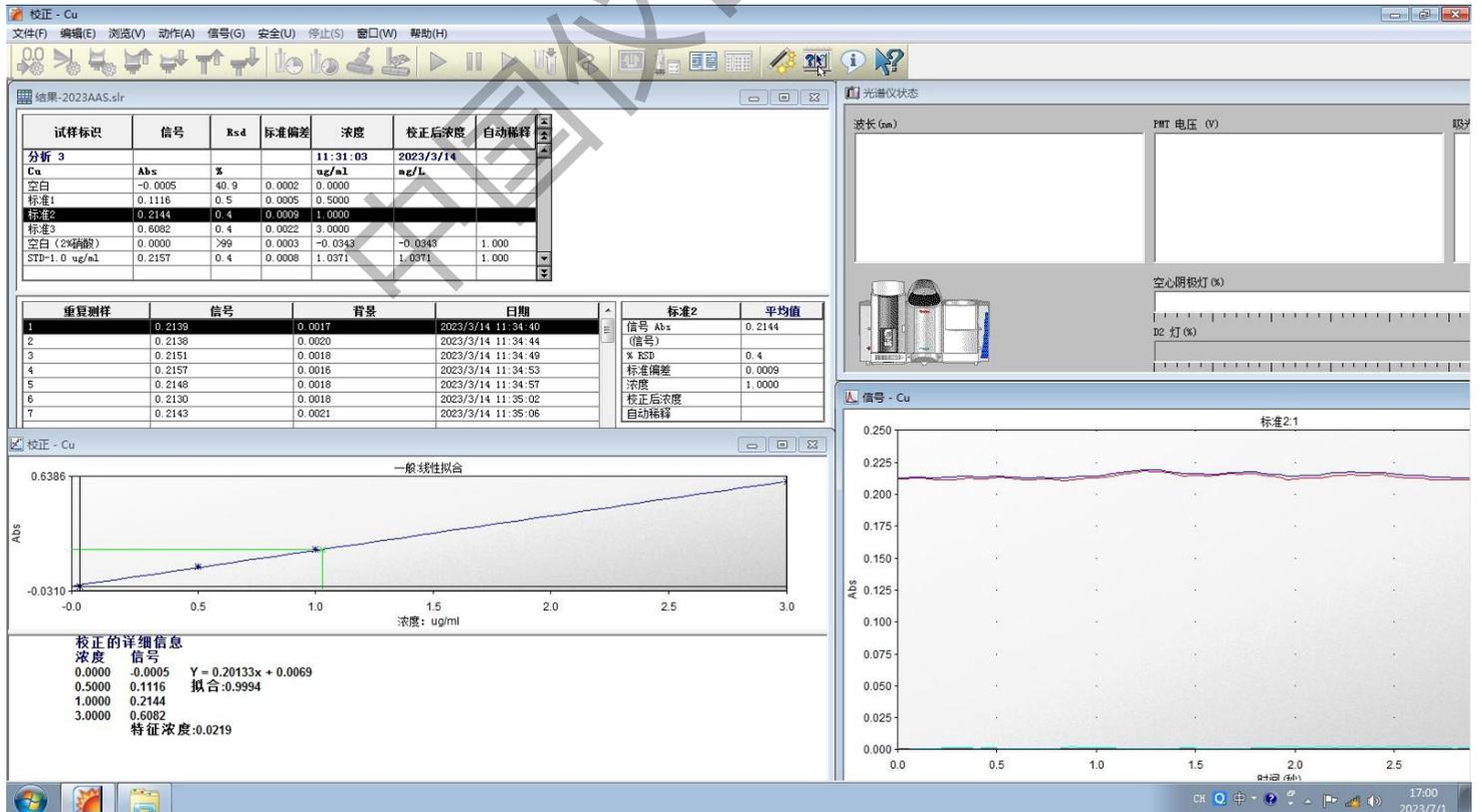


图 8 火焰法核查铜标准物质结果

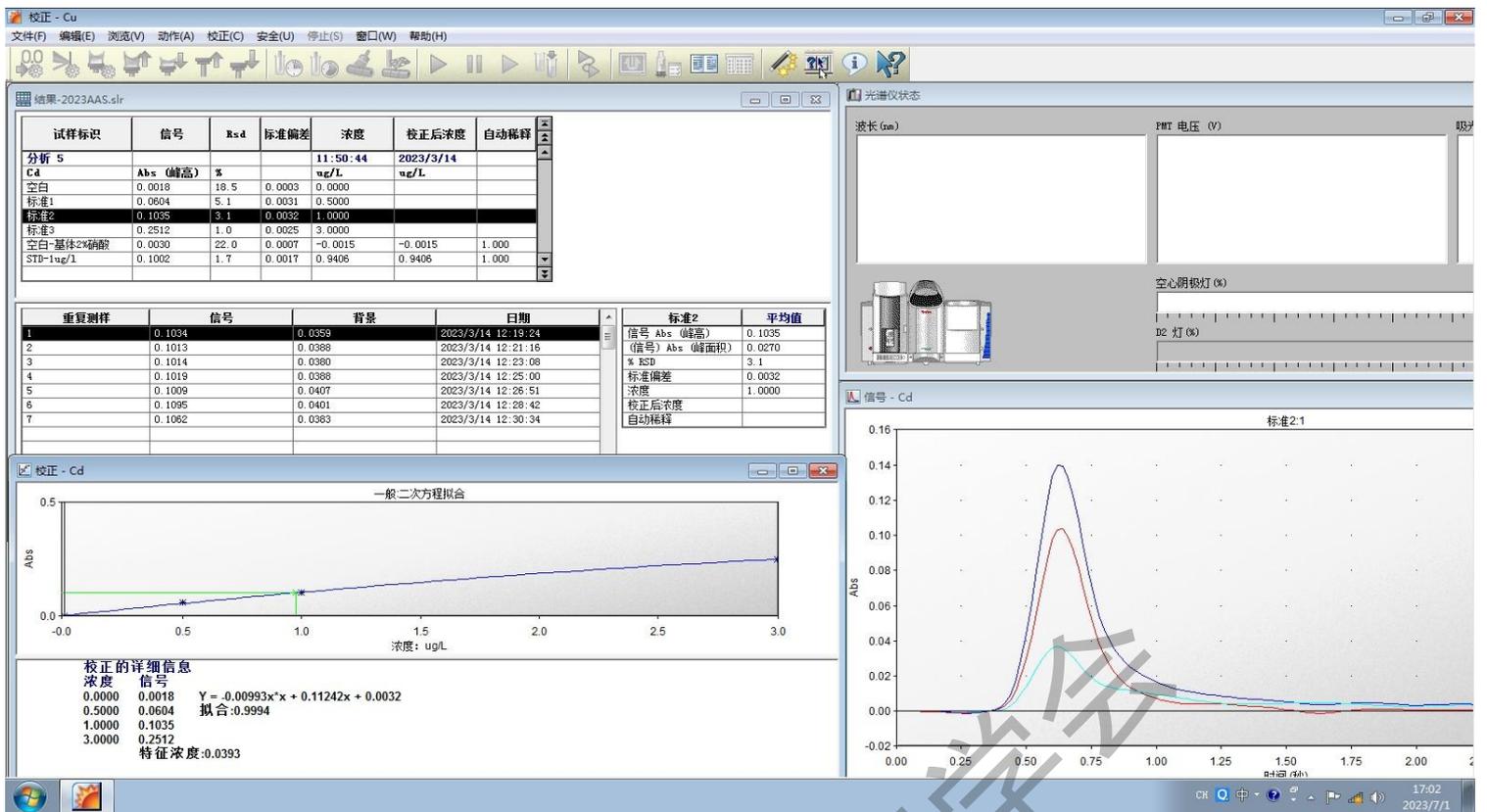


图9 石墨炉核查镉标准物质结果

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记录，存档，备查，如下图：

仪器设备期间核查记录表

仪器名称：Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪		仪器编号：*****	
核查地点：检验科六楼理化室-原子吸收检测室		核查时间：2023.03.14	
核查依据：*****/Y07-82-197			
核查指标		核查结果	评价依据 (JJG 694-2009)
火焰原子化器 铜	线性误差	3.71%	≤10%
	测量重复性	0.40%	≤1.5%
石墨炉原子化器 镉	线性误差	5.94%	≤15%
	测量重复性	1.70%	≤5%
结果评价及处理意见		核查结果合格，Thermo ICE3500 原子吸收光谱仪处于正常状态，符合日常检测工作要求。	

核查人：***

复核人：***

科室负责人：***

4 讨论

- 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保持处于正常状态。
- 2、仪器的使用一定要做好日常保养维护，按照仪器维护保养计划，至少每半年更换一次冷却循环水。
- 3、仪器期间核查测试完成后需要汇总整理实验原始记录，形成完整的期间核查资料，存档，备查。用以证明仪器状态的维持情况。
- 4、仪器期间核查的依据，仪器期间核查的操作程序，一般来说都会参照检定规程来测试几个参数，但原始记录把检定规程当做核查依据，这是不恰当的，因为仅仅选择了规程的几个参数来做核查。比较优选的做法是实验室自行编制一个核查作业指导书，可以参照检定规程的做法，选择部分参数来实验操作，这个会更加恰当。从自身实验室的条件环境人力物力以及经济条件，选择最优的核查方式，既能达到期间核查的目的，相对于检测人员来说又是比较容易实施操作比较友好的方式。核查结果的确认，主要是评价核查结果是否满足分析方法的要求。