

Thermo Scientific ICE 3000 series 原子吸收分光光度计操作规程

一、火焰部分操作

1. 开机前准备

1.1 打开电脑。

1.2 打开排气设备。

1.3 打开乙炔钢瓶主阀，调节旋钮使次级压力表指针指示为 0.09 MPa。

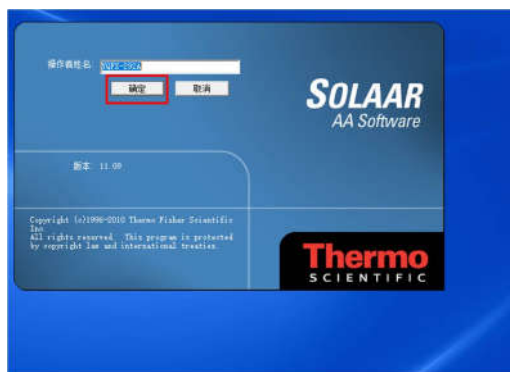
1.4 打开空压机电源（**开关下方凸起为开**）。

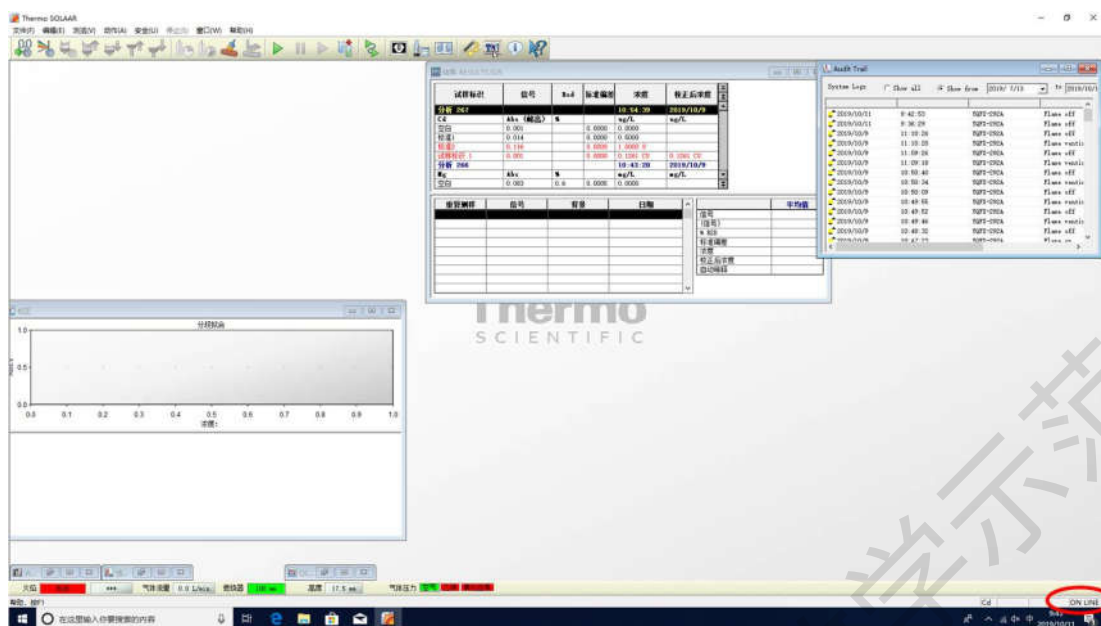
2. 开机

2.1 开启仪器电源，电源开关在仪器的右后方。

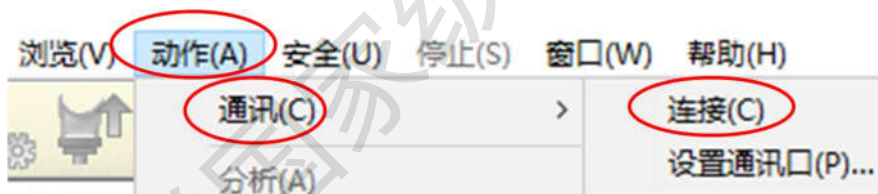


2.2 打开 Solaar 软件 ，点击“确定”，进入仪器菜单。进入 **on line** 状态。





如果数据工作站与光谱仪通讯未连接，即窗口右下角显示 off line，点击“动作”，在“通讯”中选“连接”，以重新建立联系。也可在计算机的设备管理器中的“端口”菜单下，选择正确的端口，预先设定串行接口 COM1 或 COM2，然后重新连接即可。



2.3 安装空心阴极灯。最多可装 6 个灯。打开空心阴极灯窗口，点击灯设定快捷按钮，将需要装灯的灯座转到窗门前面，将灯的凸缘对着灯座中的槽垂直直接插入，软件会自动识别此元素灯。输入最大工作电流、点击“开”点亮灯，并转入到光路中。如使用 1 号灯，则灯位选择 4 号(4 号灯转出位于前面)，而 1 号灯进入光路，同样 1 对 4，2 对 5，3 对 6。如图所示。

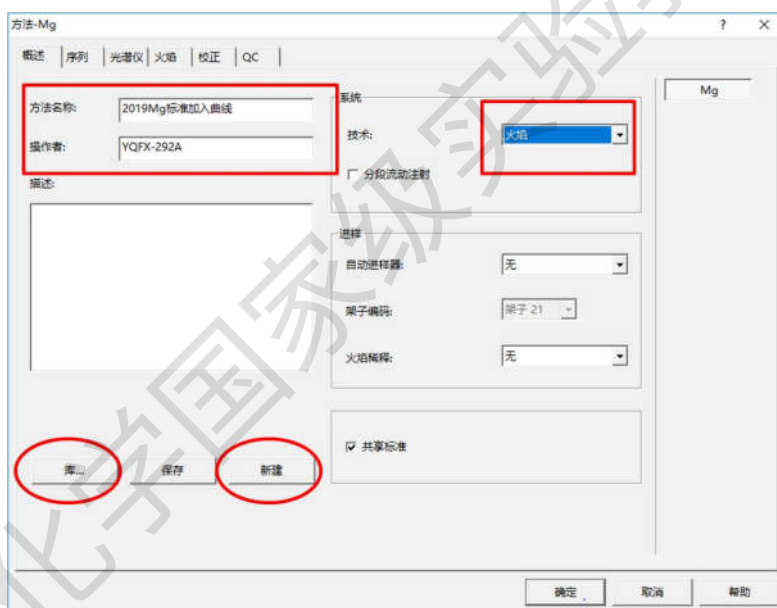




选择灯的自动准直，具有灯自动准直功能。为了获得稳定的结果，灯需要预热15 分钟以上。

3. 方法编辑

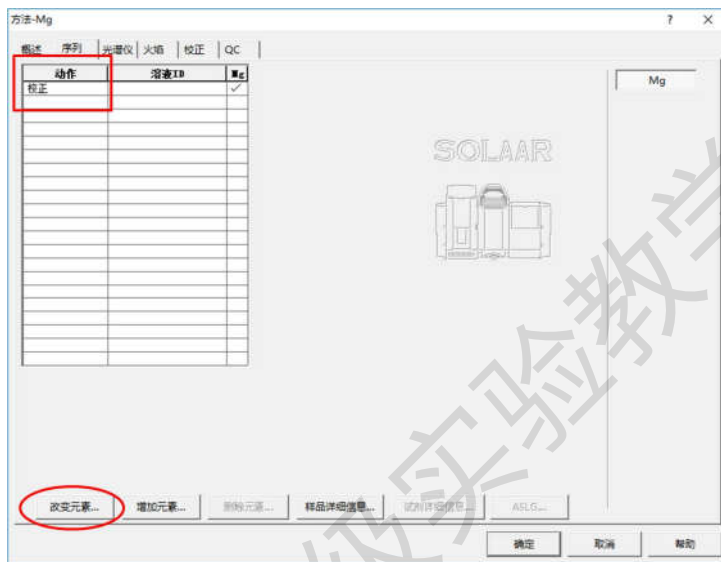
3.1 点击“方法”设定快捷按钮，弹出“概述”对话框，写上方法名称、操作者；选择分析技术“火焰”，选择“新建”，新建方法；或者“载入”调用原已经存有的方法。



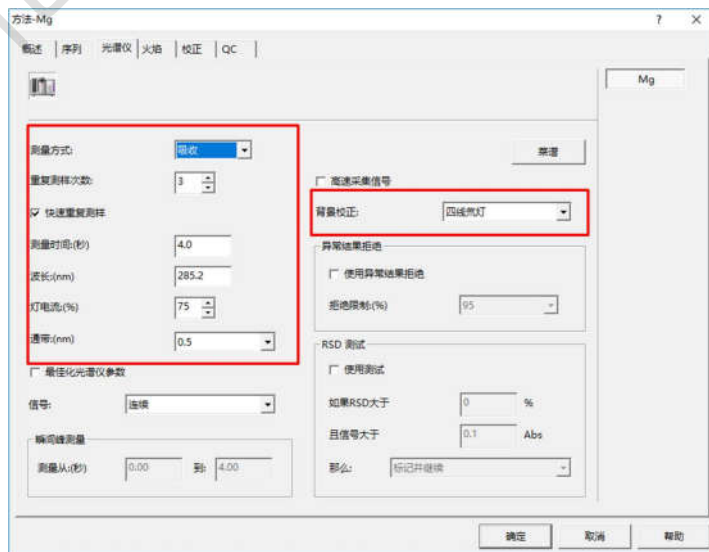
3.2 右键选择要测定的元素，点击“确定”。



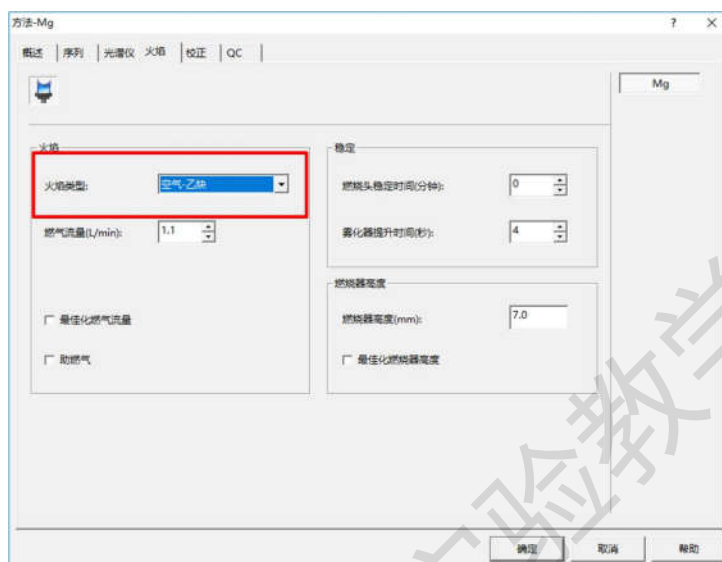
3.3 测量过程顺序，在方法对话框中点击“**序列**”，显示光谱仪测定序列对话框；在“**动作**” (任务栏) 中点击右键可插入或删除任务；在溶液 ID 栏可输入溶液的有关标识；双击对应的样品详细信息框可输入原试样的称样量和稀释的比例；在元素栏中点击右键可更换、增加、删除待测的元素，如元素栏中去掉 $\checkmark$ ，则不执行这一任务。



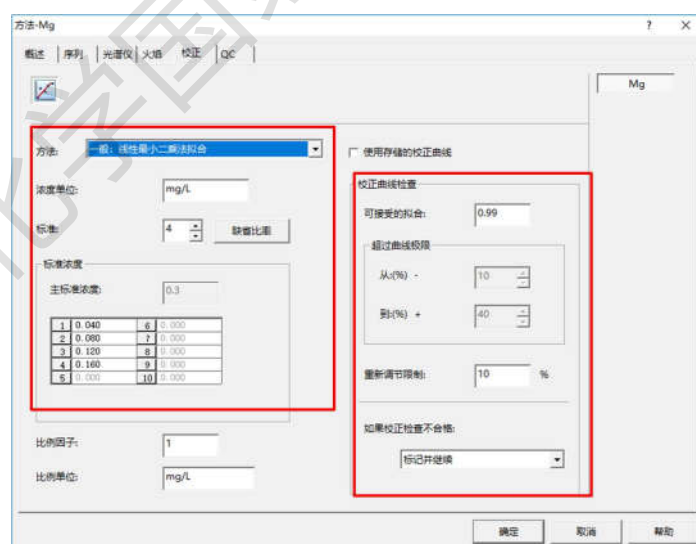
3.4 光谱仪参数设定，在方法对话框中点击“**光谱仪**”，出现光谱仪对话框，依照提示选择和设定测量方式“**吸收**”，若测碱金属，则可以用发射光谱法，此处选择“**发射**”；每个样品重复测定的次数；每个样品的测定时间；分析线波长；灯电流比例；光谱通带宽度；连续信号测量方式；并确定是否采用氘灯背景校正。在菜单提示中专家系统给出了相应的元素的详细参数可供参考。



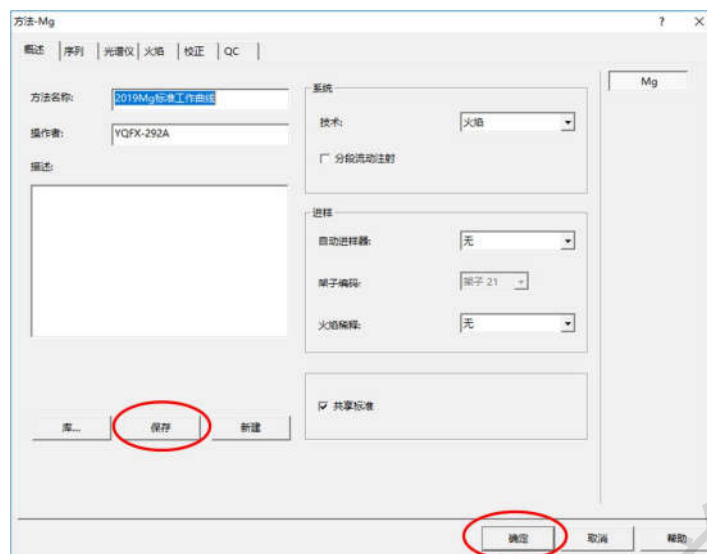
3.5 火焰参数设定，在方法对话框中点击“火焰”，显示火焰条件对话框，选择火焰的种类，燃助比，稳定条件，燃烧器的高度。（一般不用改，默认的可以）（如有选择燃助比最佳化或燃烧器的高度最佳化，必须另外准备好标准调试液，按软件的提示在执行分析时首先进行条件实验的优化）。



3.6 标准曲线的设定，在方法对话框中点击“校正”，在标准曲线对话框中，有多种曲线的拟合方式，通常使用**一般线性最小二乘法**。设定标准系列的浓度单位；标准点个数(不包括试剂空白)，最多可设定 10 个标准；各标准点溶液的浓度等。



3.7 所有的参数设置完毕，回到“概述”对话框，点击“保存”，保存编好方法设置，点击“确定”键，方法编辑完成，退出此对话框。



4. 样品分析

4.1 按“调整光路”按钮, 调整光路。

4.2 点火, 在点火前确保气源正确连接、无泄漏、气源压力正确; 雾化室干净、排废管充满水溶液; 燃烧器正确插入并干净; 打开排风系统。主机正面左上方点火准备灯黄灯闪烁, 按住点火开关直到火焰点燃(若不能点燃, 借助点火枪), 如火焰在 30 秒内没有点着, 系统会自动停止点火, 等待 30 秒后再点。让火焰稳定 10 分钟以上, 方可开始检测。

4.3 执行分析, 按快捷分析按钮, 按照提示先以去离子水调零, 然后按照提示逐个测定标准溶液与试样溶液。

4.4 观察仪器状态与实验测定数据, 有实时显示光谱仪状态(波长、负高压、吸光度、空心阴极灯和氘灯能量)、火焰状态、吸收信号、校正曲线、测定结果等窗口。

5. 关机

5.1 分析结束后, 以去离子水空喷 10 分钟清洗燃烧器。按住熄火开关(红色按钮)直到火焰关闭。关闭乙炔钢瓶气源开关。再长按熄火开关, 听到放气声音, 再按住熄火开关 10 秒, 将管路中的乙炔气体放完。关闭空气压缩机压缩空气开关, 放掉空压机内多余的气体。点击灯设定快捷按钮, 将灯关闭。关闭 Solaar 软件, 关闭计算机, 关闭光谱仪电源。关闭排风系统。

6. 数据处理与打印

6.1 在结果观察窗(或点击主菜单的结果) 中, 将光标指向试样标识栏, 右击鼠标, 在下拉菜单中单击“选项”, 出现结果显示选项对话框, 选择所要方法的代码及显示的内容; 对出现异常的数据点, 可将光标移至该结果栏, 在结果的下拉菜单中选删除该结果; 也可对曲线拟合方式重新设置。在主菜单文件的下拉菜单中, 可对打印的选项进行设置: 通常可简单地选择重复测量结果和校正曲线, 然后打印。

试样标识	信号	Rsd	标准偏差	浓度	校正后浓度
标准加入1	0.153	0.4	0.0006	0.0400	
标准加入2	0.229	0.2	0.0004	0.0000	
标准加入3	0.292	0.3	0.0008	0.0000	
分析 267	Abs			10.38-07	2019/10/9
空白	0.002	3.1	0.0001	0.0000	mg/L
标准1	0.044	0.5	0.0002	0.0400	
标准2	0.123	0.5	0.0006	0.0000 U	
标准3	0.178	0.7	0.0012	0.1000 U	

结果显示选项

分析 结果 显示

所有分析 选择分析 筛选分析

选择分析

所有分析

分析 267
分析 266
分析 265
分析 264
分析 263
分析 262
分析 261
分析 260

增加

选择分析

移掉

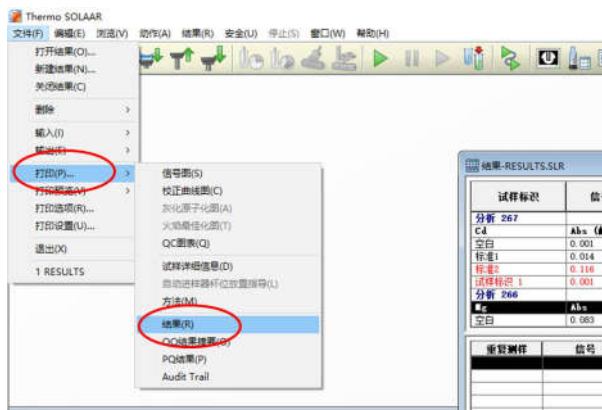
分析筛选

☐ 操作者

☐ 日期 从: 1997/1/1 到: 1999/12/31

☐ 分析名称

确定 取消 应用(A) 帮助



二、石墨炉法操作

1. 石墨炉安全须知

1.1 石墨炉炉头须水冷却，从石墨炉工作一个周期后大约需一分钟，所有部件返回到室温，这时才能打开石墨炉炉体。

1.2 石墨炉系统不能自动检测到石墨管的型号，必须在软件中设置石墨管型号，如选错型号，有可能损坏石墨管与石墨炉炉体。如石墨管损坏，更换新管之前，必须用棉花签清洁温度控制系统的透镜与窗口。氩气用于保护石墨管，气体必须干净无水份，纯度在 99.9% 以上。

2. 使用前准备

2.1 光谱仪的准备与空心阴极灯的安装参见火焰法)

2.2 氩气作为石墨炉保护气体及自动进样器驱动气体，压力稳定在 0.11 ± 0.014 MPa(15 ± 2 psi)。

2.3 启用循环冷却水系统冷却水，水温设在 22°C ，压力在 1.4 bar 到 6.9 bar 之间 (20-100 psi)，最小流量为 0.7 L/min。



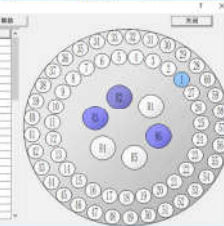
2.4 石墨管安装 (详见说明书)。

2.5 自动进样器安装与调整 (详见说明书)。

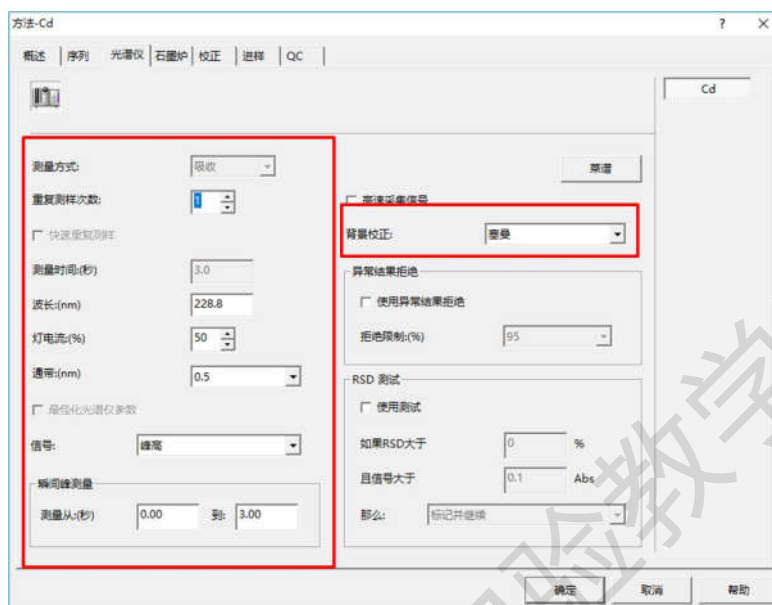
2.6 打开排风系统。

3. 方法编辑

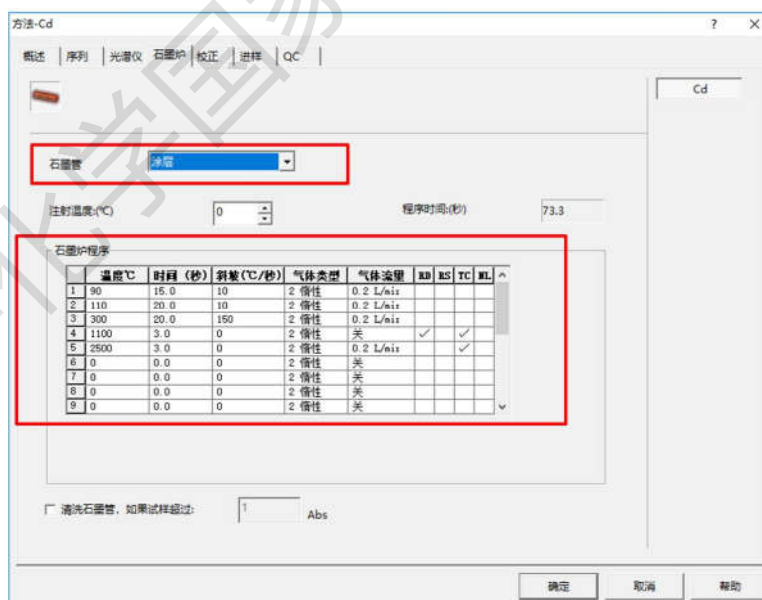
3.1 方法设置: 打开方法设置的窗口，在“概述”对话框中写上方法名称(如 Cd 石墨炉)，选择方法“石墨炉”，选择自动进样器型号。选择“新建”，新建方法；或者“载入”调用原已经存有的方法。



3.3 光谱仪参数设定，在“光谱仪”对话框中选择“吸收”测量方式，每个样品重复测定的次数；每个样品的测定时间；分析线波长；灯电流比例；光谱通带宽度；连续信号测量方式；选择塞曼背景校正。

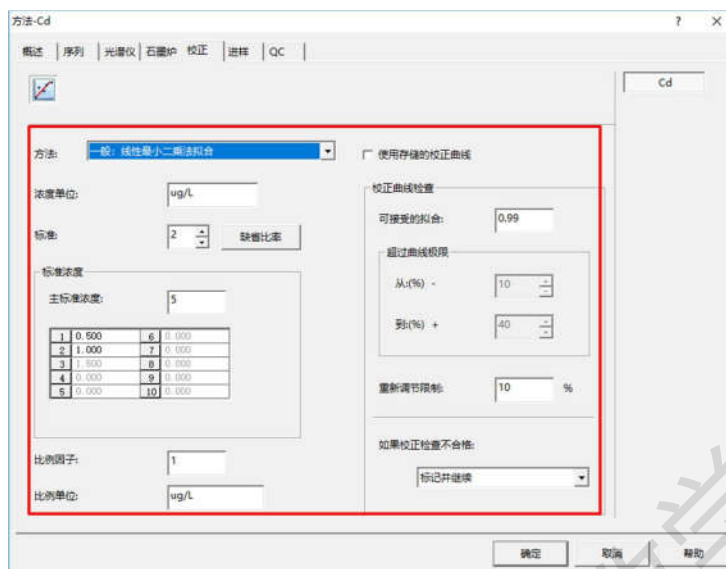


3.4 石墨炉程序设定，在“石墨炉”对话框中设定石墨炉分析的关键参数-升温程序。设置石墨管的类型为“涂层”，SOLAAR 具有可设定 20 段线性或非线性升温并保持程序。SOLAAR 具有灰化/原子化温度最佳化功能一般就是默认功能。

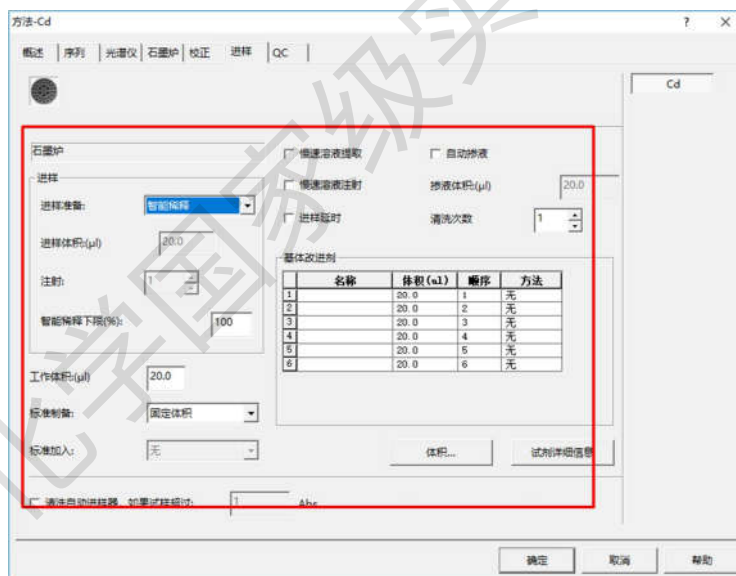


3.5 标准曲线的设定，在方法对话框中点击“校正”，在标准曲线对话框中，有多种曲线的拟合方式，通常使用一般线性最小二乘法。设定标准系列的浓度单位；主标准溶液的浓度，标准点个数(不包括试剂空白)，最多可设定 10 个标准；各

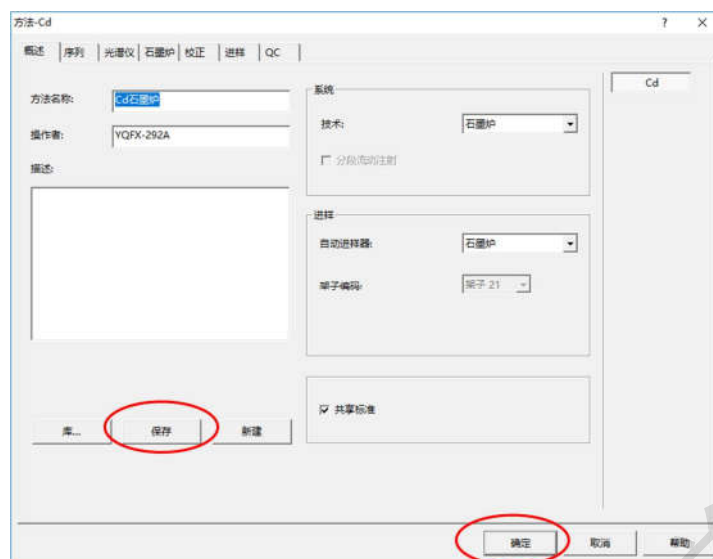
标准点溶液的浓度等。



3.6 在“进样”对话框中，将准备设定为“智能稀释”，标准制备设定为“固定体积”，进样体积为 20 μL 。



3.7 所有的参数设置完毕，回到“概述”对话框，点击“保存”，保存编好方法设置，点击“确定”键，方法编辑完成，退出此对话窗口。



4. 样品分析

4.1 打开 GFTV 可视系统开关  可观察石墨炉进样和升温过程。

4.2 点击“调整光路”按钮 ，调整光路。

4.3 点击“准直进样针”按钮 ，准直进样针；再点击“清洗”按钮 ，自动清洗进样。

4.4 在样品盘中相应位置放置空白，稀释剂，标准溶液和样品，再点击执行分析按钮 ，自动进样器顺序进样进行分析。

5. 关机

5.1 分析结束后，按快捷键进行石墨炉自动进样器进样针头的清洗与毛细管清洗。取出自动进样器杯位上的杯子。点击灯设定快捷键，将灯关闭。关闭 GFTV 可视系统。关闭氩气钢瓶气源开关。关闭循环冷却水系统开关（先按暂停键，待压力表归零水机无声音后再关闭电源）。关闭 Solaar 软件，关闭计算机，关闭光谱仪电源与排风系统。



6. 数据处理与打印

6.1 在结果观察窗(或点击主菜单的结果) 中, 将光标指向试样标识栏, 右击鼠标, 在下拉菜单中单击“选项”, 出现结果显示选项对话框, 选择所要方法的代码及显示的内容; 对出现异常的数据点, 可将光标移至该结果栏, 在结果的下拉菜单中选删除该结果; 也可对曲线拟合方式重新设置。在主菜单文件的下拉菜单中, 可对打印的选项进行设置: 通常可简单地选择重复测量结果和校正曲线, 然后打印。

三、注意事项

1. 安装空心阴极灯时, 保证灯位电源被关闭, 用干燥的手拿取底座部位, 不能触及灯的上部, 以防止灯管破裂或通光窗口被玷污, 导致光能量下降。
2. 乙炔气瓶主阀显示压力低于 0.4 Mpa 时, 不能继续使用, 需更换新气瓶。
3. 关闭乙炔气时先关主阀, 再关分压阀。
4. 燃烧头若脏了, 需要清洗方可使用。
5. 仪器使用前, 需打开排风系统。
6. 使用石墨炉分析时, 要开冷凝水。