

# Руководство по поиску и устранению неисправностей и техническому обслуживанию атомно-абсорбционного спектрометра

Советы, подсказки и рекомендации, которые помогут вам оптимизировать рабочие характеристики атомно-абсорбционных спектрометров и обеспечить надежность и достоверность СОП по техническому обслуживанию.



## Автор

Эрик Ванклай (Eric Vanclay), менеджер по маркетингу расходных материалов для спектроскопии, Agilent Technologies, Австралия

## Введение

Цель данной статьи заключается в предоставлении советов и подсказок для работы в реальных условиях по уходу и проведению техобслуживания атомно-абсорбционных спектрометров (ААС) и по улучшению анализа. Будут предоставлены руководства по поиску и устранению неисправностей и техническому обслуживанию. Некоторые советы могут быть вам знакомы, но вы обязательно найдете несколько новых идей, связанных с техническим обслуживанием или устранением неисправностей, которые позволят улучшить рабочие характеристики приборов, приложений или повысить простоту их использования.

Компания Agilent Technologies провела независимый опрос среди руководителей лабораторий в разных сегментах рынка. Основная цель опроса заключалась в понимании проблем руководителей лабораторий и выяснении наиболее актуальных для них вопросов. Опрос проводился фирмой Frost & Sullivan в формате 30-минутного онлайн опросника в 4 странах: Германия, Великобритания, США и Китай. В общей сложности в опросе приняли участие 700 человек с разным опытом, размером компании, должностью и должностными обязанностями.

Руководители лабораторий сталкиваются с проблемами, которые тесно связаны с техническим обслуживанием приборов и постоянно повышающейся сложностью требований к анализу. Примерно половина лабораторий обрабатывают 500–1000 образцов в неделю, и 45% участников опроса заявили, что чувствуют необходимость увеличить текущую производительность. Производительность в основном ограничена временем на подготовку образца, простоем приборов из-за запланированного техобслуживания или внеплановым простоем, а также переносом методики/валидацией новых приборов. На просьбу перечислить основные причины внепланового простоя участники опроса назвали проблемы с подготовкой образцов (78%), поломку прибора (64%) и ошибку оператора/техника (45%). Что примечательно, опрос подчеркнул, что 1 из 5 участников считает размер лаборатории проблемой и 75% считают, что более компактная конструкция приборов поможет решить этот вопрос.

## Лампы с полым катодом

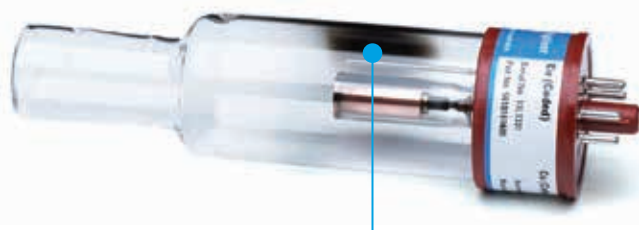
Доступны кодированные и некодированные лампы Agilent с полым катодом (ПК). Кодированные лампы имеют дополнительные контакты на основании, позволяющие прибору понять, для какого элемента предназначена лампа. Это означает, что прибор может найти и автоматически включить лампу, даже если она была помещена в неправильное место на приборе. Некодированные лампы характеризуются лучшим сочетанием стоимости и рабочих характеристик и совместимы со всеми системами Agilent и большинством систем AAC других производителей (за исключением PerkinElmer и Shimadzu). Для улучшения чувствительности и понижения предела обнаружения Agilent также предлагает ассортимент ламп повышенной интенсивности со стимулированным разрядом, известных под названием лампы UltrAA. Лампы UltrAA используют стандартный ламповый ток, но внутри лампы подается дополнительный стимулированный разряд для повышения интенсивности эмиссии. Ток стимулирования подается от дополнительного блока управления (встроенного в прибор или от внешнего модуля). Лампы UltrAA Agilent с полым катодом повышенной интенсивности со стимулированным разрядом предлагаются в широком ассортименте и способны заменить стандартные лампы при анализе методом AAC. Лампы UltrAA позволяют снизить пределы обнаружения для самых требовательных методик AAC в режиме пламенной, электротермической и паровой атомизации и предлагают:

- повышение чувствительности до 30%, по сравнению со стандартной лампой с полым катодом;
- расширенный диапазон калибровки при сохранении аналитической точности;
- более длительный срок службы ламп, превышающий 8000 мА·ч;
- подключение без дополнительной настройки для простоты эксплуатации.

Системы AAC Agilent Zeeman могут быть оснащены интегрированным (в заводских условиях) блоком управления. Для других систем AAC Agilent доступна модернизация на месте, что обеспечивает обширную совместимость. Ассортимент ламп UltrAA с повышенной интенсивностью может использоваться в комбинации со всеми приборами Agilent для AAC. Для достижения превосходных показателей экономичности в сложных вариантах применения выбирайте лампы UltrAA с повышенной интенсивностью. Лампы UltrAA Agilent обеспечивают снижение пределов обнаружения для самых требовательных методик AAC.

Компания Agilent также предлагает широкий ассортимент кодированных ламп 50 мм, совместимых со всеми системами AAC PerkinElmer. Они обеспечивают экономичную работу и соответствуют производительности оригинальных ламп Lumina PerkinElmer.

Лампы Agilent дают пользователям систем атомно-абсорбционной спектроскопии множество преимуществ. Во-первых, они обеспечивают оптимальную производительность — сочетание запатентованного состава катода и уникальной технологии производства ламп гарантирует хорошую интенсивность и чувствительность, низкий уровень шума и долгосрочную стабильную работу. Во-вторых, лампы также разработаны с расчетом на очень долгий срок службы, который достигается за счет запатентованного состава катода и оптимального заполнения газом внутреннего объема лампы. Стандартный срок службы ламп Agilent превышает 5000 мА·ч, позволяя сократить операционные издержки и время простоя в результате отказа лампы. В-третьих, их преимуществом является повышенная стабильность — лампы Agilent прошли предварительную регулировку и могут использоваться сразу же после получения. Это ведет к улучшению производительности и высочайшему качеству работы прибора без необходимости в исходной регулировке лампы. Помимо этого, лампы Agilent разработаны для достижения высокой спектральной чистоты. Как показано на Рисунке 1, в результате уникальной технологии производства ламп Agilent в их конструкцию входит характерная черная вставка-поглотитель. Эта вставка представляет собой тонкий слой циркония — он помогает поглощать некоторые примеси, которые могут присутствовать в лампе в процессе работы, и повышает спектральную чистоту в процессе всего срока службы лампы. И последнее преимущество — это качество. Лампы Agilent производятся вручную в условиях, сертифицированных в соответствии с ISO 9001, с соблюдением испытанных и надежных этапов производства. Перед отправкой каждая лампа подвергается аналитическим испытаниям для обеспечения соответствия требовательным стандартам Agilent в отношении интенсивности, уровня шума и стабильности работы. Испытательное оборудование проходит регулярную калибровку.



**Рис. 1.** Характерная черная вставка-поглотитель — результат уникальной технологии производства ламп. Также показан материал катода, нанесенный в процессе производства.

## Рабочие характеристики

Рабочие характеристики ламп Agilent с полым катодом были продемонстрированы в ходе конкурентного анализа, с результатами которого можно ознакомиться по ссылке: [www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/Public/5991-5023EN.pdf](http://www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/Public/5991-5023EN.pdf). Лампы, требующие излишнего времени стабилизации или лампы, неспособные достичь равновесного состояния, могут создавать проблемы для аналитика. После начала анализа дрейф лампы может привести к изменению аналитического сигнала и возникновению существенных ошибок. Это особенно критично при анализе следовых количеств, когда дрейф может превышать поглощение лампы.

На Рисунке 2 показана краткосрочная стабильность селеновых (Se) ламп, где лампа Agilent выделена голубым цветом на фоне конкурирующих ламп. Этот график стабильности представлен после 10-минутного времени прогрева. Хотя большинство ламп обладали подходящей стабильностью, лампа, обозначенная оранжевой линией, так и не стабилизировалась. Также показана долгосрочная стабильность на базе измеренного поглощения калибровочного стандарта при концентрации 120 млн д. Сплошными красными линиями показаны контрольные пределы вариации  $\pm 5\%$  от ожидаемых результатов. Лампа Agilent (голубая линия) обладает наилучшей общей стабильностью со средним уровнем разброса < 1% ОСО для всех измерений, сделанных в течение 1 часа, по сравнению с наихудшим результатом, который составил > 3% ОСО.

На нижнем графике показан срок службы для селеновых (Se) и свинцовых (Pb) ламп. Лампа Agilent (синий цвет) обладает самым долгим сроком службы для обоих элементов, превышающим срок службы ближайшей конкурирующей селеновой лампы в 4 раза и ближайшей конкурирующей свинцовой лампы на 20%.

Сравнение калибровочных кривых для свинца (Pb) при длине волны 217,0 нм показано на Рисунке 3. Лампы Agilent обеспечивают хорошую чувствительность, эквивалентную рабочим характеристикам лампы SGM. Также показано сравнение калибровочных кривых кадмия (Cd) при длине волны 228,8 нм. Лампа Agilent обеспечивает наилучшую чувствительность и линейность. Помимо этого, сравнивались пределы обнаружения прибора для этих двух элементов. В обоих случаях лампа Agilent обеспечивала лучший (или самый низкий) предел обнаружения, значительно отличающийся в лучшую сторону от конкурирующих ламп в более низком ценовом диапазоне.

В исследовании также изучались рабочие характеристики/ срок службы ламп Agilent в сравнении с несколькими основными конкурентами для мышьяка (As), кадмия (Cd), золота (Au), меди (Cu) и натрия (Na). Лампа Agilent обладает самым долгим сроком службы для каждого из этих элементов, превышающим срок службы ближайшей конкурирующей лампы для большинства элементов в 2,5 раза и ближайшей конкурирующей натриевой лампы на 25%.

Существует несколько неверных представлений об использовании многоэлементных ламп в методике ААС. Например, многие пользователи считают, что многоэлементная лампа имеет более короткий срок службы и ухудшает аналитические характеристики. Agilent предлагает расширенный ассортимент многоэлементных ламп, имеющих рабочие характеристики, аналогичные ассортименту одноэлементных ламп. На примере ассортимента многоэлементных ламп мы опровергли этот миф и показали, что каждая из них обеспечивает удовлетворительный срок службы. Что касается рабочих характеристик, мы видим, что при работе при рекомендуемом для многоэлементных ламп токе, чувствительность, достигаемая при использовании многоэлементной лампы, сравнима с чувствительностью, достигаемой при использовании одноэлементной лампы. Может наблюдаться небольшое ухудшение достигаемого предела обнаружения, но различие является относительно малым. Обеспокоенность по поводу плохих рабочих характеристик многоэлементной лампы также оказалась мифом.

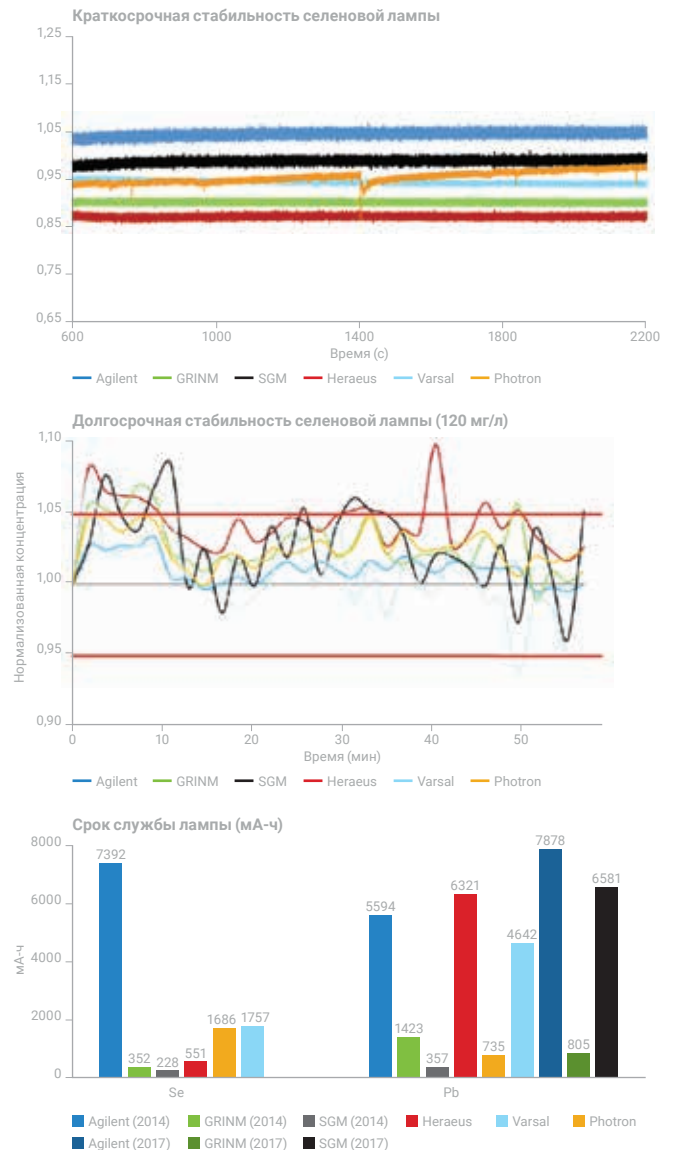


Рис. 2.

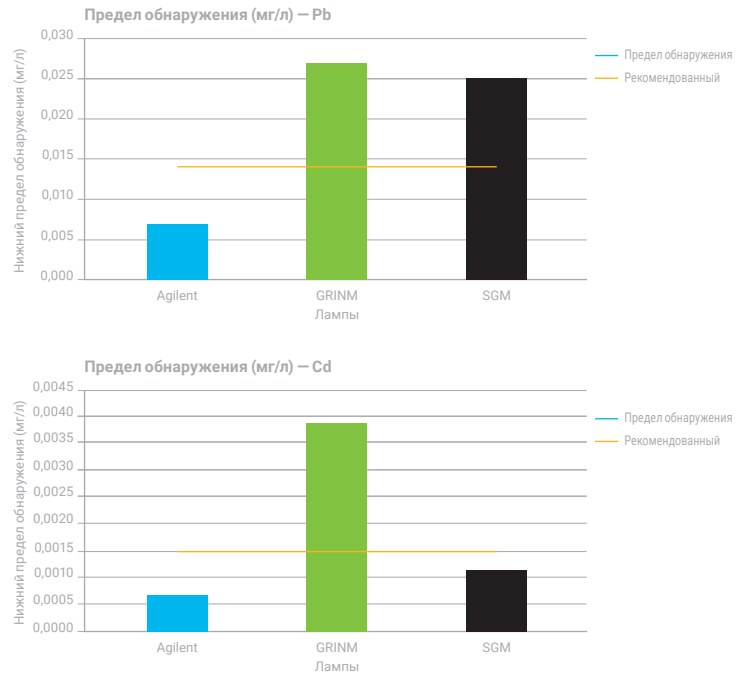
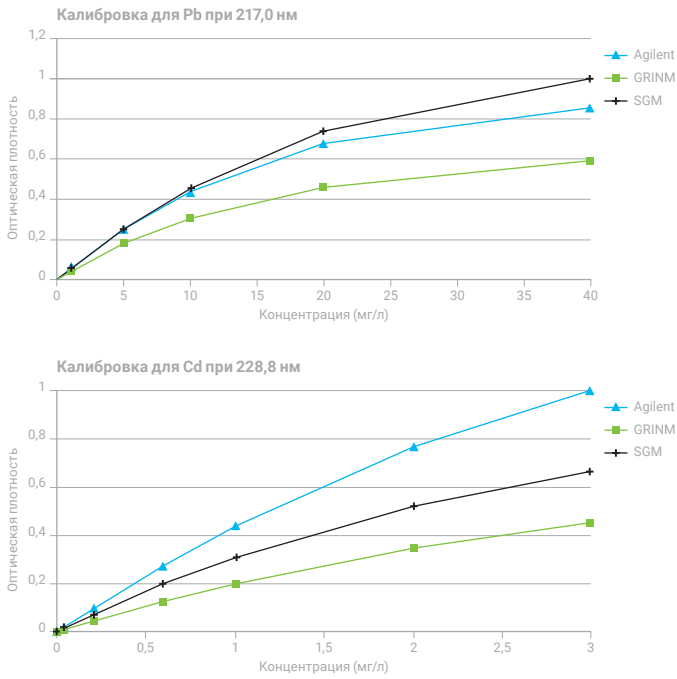


Рис. 3.

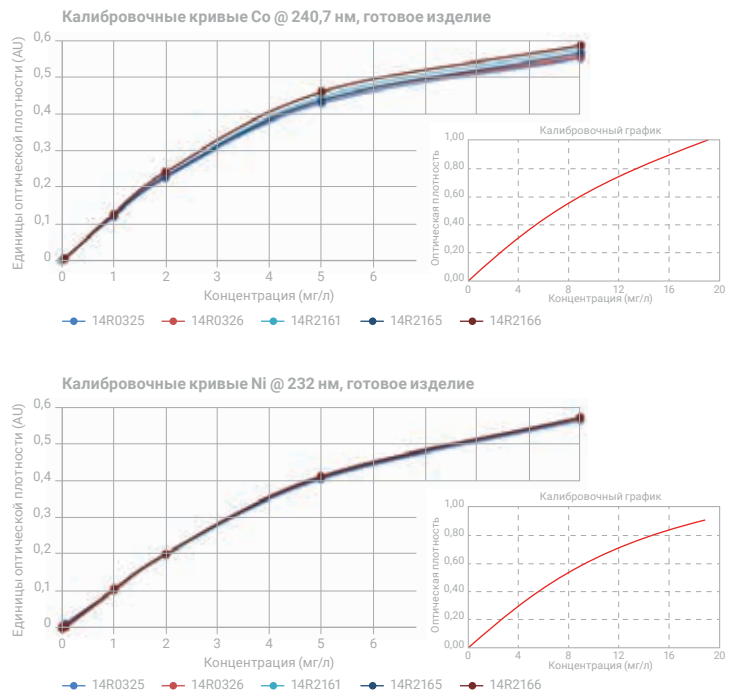
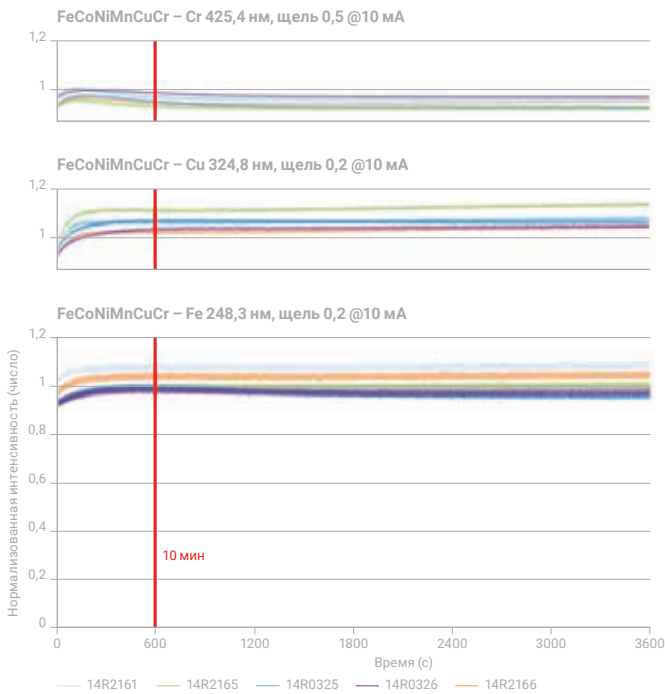


Рис. 4.

На Рисунке 4 показано сравнение для элементов Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni в многоэлементной лампе. Линии слева демонстрируют, что краткосрочная стабильность для каждого элемента достигает очень хорошего уровня после исходного периода нагрева. Справа показан ожидаемый калибровочный график для элементов, взятый из аналитических рекомендаций для пламенной ААС. Более крупный калибровочный график показывает чувствительность, которая достигается для этих элементов при помощи многоэлементной лампы. Измеренные значения чувствительности соответствуют рабочим характеристикам, ожидаемым согласно аналитическим рекомендациям, что снова подтверждает отсутствие ухудшения качества работы при использовании многоэлементной лампы, эксплуатируемой в рекомендованных условиях для данного типа лампы.

## Советы и рекомендации по эксплуатации

Как было отмечено ранее, многоэлементным лампам часто требуются условия работы, отличные от тех, которые используются для одноэлементной лампы. Ток лампы, рекомендуемая ширина щели и даже рекомендуемая длина волны при использовании многоэлементной лампы могут отличаться. Тем не менее при работе в рекомендованных условиях рабочие характеристики многоэлементной лампы будут эквивалентными.

О чем еще следует помнить при работе с любой лампой с полым катодом. Во-первых, стоит учитывать общие меры предосторожности и особенности работы лампы. Лампа хрупкая, поэтому следует избегать ненужных ударов и сжатия. Также необходимо убедиться в отсутствии отпечатков пальцев на торцевом окне лампы, где проходит свет в оптическую систему прибора. На этой поверхности может скапливаться жир и грязь с кожи, что снижает передачу света на оптику и ухудшает рабочие характеристики. Это особенно критично для элементов с длиной волны испускаемого излучения, лежащей в УФ-области, или для элементов с относительно низкой интенсивностью, например, у ламп для As, Se и Ni.

В начале анализа рекомендуется оставить лампу прогреваться в течение примерно 10 минут для стабилизации выходной мощности и, как уже упоминалось, важно работать в рекомендованных условиях эксплуатации — они перечислены на этикетке на основании лампы Agilent (включая рекомендованные значения тока, длины волны и ширины полосы спектра). При работе с лампой также рекомендуется контролировать ее характеристики, в частности процентное значение «Усиление», отображаемое во время оптимизации. Следует сравнивать это значение с типичными значениями «Усиления», указанными на веб-сайте Agilent: ([www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762](http://www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762)). Значительное увеличение значения «Усиления» для лампы может указывать на то, что приближается конец срока ее службы. При работе с системой графитовой печи мы рекомендуем выровнять лампу без рабочей головки печи по световому потоку — сначала выровняйте лампу, затем установите рабочую головку в нужное положение и выровняйте ее таким образом, чтобы достичь максимального светопропускания через рабочую головку системы графитовой печи.

Следует рассмотреть еще один тип лампы источника, т. е. дейтериевую лампу, которая используется для коррекции фонового сигнала в системе ААС. В большинстве приборов ААС дейтериевая лампа используется, в частности, в диапазоне длины волны 200–400 нм. Мы не рекомендуем использовать ее при длине волны выше 400 нм, так как у лампы будет отсутствовать полезная мощность. Наблюдаемый фон по большей части находится в диапазоне 200–400 нм. Система коррекции фонового сигнала Agilent обладает хорошей производительностью, в силу чего она способна откорректировать до 2,5 единиц оптической плотности фонового сигнала и обеспечить быструю коррекцию с задержкой менее 2 мс между показаниями. Это может свести к минимуму ошибку коррекции, возникающую при работе с корректором фонового сигнала.

Другие часто задаваемые вопросы о дейтериевой лампе:

- Лампа постоянно находится в включенном состоянии? Нет, потому что лампа будет включена только при запуске и выключении прибора, кроме тех случаев, когда в выполняемой методике используется коррекция фонового сигнала.
- Каков срок службы у этой лампы? Нам трудно назвать конкретное значение, потому что на него влияет множество переменных, но в среднем срок службы составляет свыше 1000 часов работы. В большинстве случаев при частой работе с корректором фонового сигнала замена лампы, как правило, требуется раз в год.

Теперь давайте рассмотрим другие советы, которые помогут максимально повысить рабочие характеристики вашей системы ААС.

## Предотвращение засорения распылителя

Одним из наиболее важных факторов при попытке предотвратить засорение распылителя является промывание распылителя между пробами и, в особенности, в течение нескольких минут в конце анализа прежде чем погасить пламя. Это позволяет удалить все остатки пробы из распылителя и предотвратить засорение. Подготовка проб также играет критически важную роль; из пробы необходимо удалить все крупные частицы. Это означает применение либо фильтрации, либо центрифугирования проб. При центрифугировании и работе с автосамплером, или даже при ручном отборе проб, очень важно проводить отбор проб выше уровня, на котором в сосуде с образцами имеется какой-либо осадок. При протирании капилляров между пробами следует использовать безворсовые салфетки, в противном случае накопление ворса может привести к засорению распылителя. При засорении распылителя наилучшим решением будет его полная разборка и ультразвуковая обработка компонентов в растворе моющего средства в ультразвуковой бане. После этого распылитель промывают и собирают. Также можно сразу удалить засорение с помощью проволочного очистителя, но только в качестве кратковременного решения. Тем не менее лучше принимать превентивные меры и тщательно подходить к подготовке проб и промывке системы ввода проб.

Настройка системы распыления также может помочь уменьшить засорение распылителя. Для большинства вариантов применения крыльчатки должны устанавливаться внутри распылительной камеры. Положение шарика-импактора должно быть оптимизировано таким образом, чтобы получить наилучшую комбинацию чувствительности и точности. Рекомендуется использовать капиллярные трубки с малым диаметром отверстия. Если нужно добиться лучшей чувствительности, можно вынуть крыльчатку. Можно расположить шарик-импактор дальше от распылителя. При установке трубок с большим диаметром отверстия можно получить гораздо более высокую скорость подачи, что также означает улучшение чувствительности. Уровень шума немного повысится, но повышение сигнала также будет значительным. В целом, соотношение «сигнал — шум» улучшится. При работе с более сложными пробами с высоким уровнем растворенных твердых частиц сначала необходимо убедиться в том, что крыльчатки установлены. После этого следует отрегулировать шарик для получения максимальной чувствительности, и из этого оптимального по чувствительности положения повернуть регулятор шарика минимум на пол-оборота по часовой стрелке, ближе к распылителю. Это означает небольшое снижение чувствительности — возможно, примерно на 10%, но, при расположении шарика ближе к распылителю, вероятность засорения системы ввода проб уменьшится. И конечно, это означает достижение лучшей долгосрочной производительности и стабильности.

Важно также учитывать процедуры, которые проводятся в конце дня после завершения анализа, поскольку они также оказывают значительное влияние на работу прибора. Рекомендуется следующая процедура выключения:

- на несколько минут, перед гашением пламени, производите распыление промывочного раствора (для промывки распылителя и удаления остаточного количества образца);
- погасите пламя и оставьте горелку остывать;
- снимите горелку и пропустите минимум 500 мл воды через распылительную камеру (для промывки остатков кислоты из уловителя жидкости);
- опустошите сосуд для отходов;
- отключите подачу газов к прибору;
- закройте программное обеспечение;
- выключите прибор.

Следуя этой процедуре, промойте всю систему введения проб и смойте все остатки кислоты. В результате вероятность засорения и ухудшения рабочих характеристик прибора уменьшится.

## Техническое обслуживание системы ввода проб

Ниже приведены рекомендации, которые помогут проводить очистку системы распыления. Скорее всего, наибольшие трудности у пользователей вызывает горелка. Для очистки горелки мы рекомендуем полировку, в частности, внутри порта горелки. Используйте средство для полировки металла, которое подойдет для чистки латуни. Мы используем средство под названием Brasso, но в его отсутствие хорошо подойдет другое жидкое средство для полировки металла, рекомендованное для чистки латуни. Внутри порта горелки нанесите средство для полировки металла на чистящую полосу горелки (верхнее изображение на Рис. 5). Затем при помощи карты с двух сторон отполируйте внутреннюю поверхность порта горелки. Качество работы напрямую зависит от качества и частоты полировки. В итоге при работе с чистой и хорошо отполированной горелкой вы получите намного лучшую производительность и устойчивость к засорению.



Рис. 5.

Метод очистки распылительной камеры очень прост: разберите камеру и промойте ее в растворе мощного средства. Также крайне важно контролировать состояние компонентов внутри, в частности стеклянного шарика-импактора. На Рисунке 5 (нижнее изображение) показано состояние изношенного шарика. На нем довольно сильные вмятины. Если на поверхности шарика заметно много углублений или вмятин, то его способность к разрушению потока пробы ухудшится. Если шарик выглядит так, как показано на рисунке, следует немедленно его заменить. Шарик-импактор играет очень важную роль, поскольку он позволяет контролировать производительность прибора. Внешний регулятор шарика позволяет контролировать положение шарика. При помощи контроля положения шарика можно отрегулировать прибор для достижения нужной чувствительности. Если отодвинуть шарик дальше от распылителя, произойдет усиление сигнала. Сигнал должен достичь максимума, а потом, когда шарик отодвинется еще дальше, поглощение снова начнет снижаться. Положение шарика играет важную роль в достижении хороших рабочих характеристик.

## Точные стандарты

Поскольку анализ проб производится с привязкой к исходной калибровке, точность анализа зависит от точности калибровочных стандартов. Используемые калибровочные стандарты не должны содержать загрязнений и, что самое главное, должны быть сертифицированы с использованием самых строгих и надежных методов, с наличием подтверждающих доказательств. Определение «Государственный стандартный образец» (ГСО) означает эталонный материал, который поставляется вместе с сертификатом, имеет одно или несколько значений концентрации, сертифицированных с помощью процедуры, где устанавливается прослеживаемость до точного стандарта или единицы измерения и где каждое сертифицированное значение сопровождается неопределенностью на заявленном уровне надежности.

Использование ГСО для подготовки калибровочных стандартов повышает точность, устанавливает прослеживаемость и позволяет провести количественное измерение неопределенности. Другая причина, по которой заказчики хотят работать с ГСО, связана с регулирующими органами. Все чаще национальные регулирующие органы, например, Национальная ассоциация испытательных служб Австралии (NATA) и Служба аккредитации Великобритании (UKAS), требуют от сертифицированных лабораторий, работающих в соответствии с руководством ISO 34, использования ГСО (если возможно и уместно) для верификации/валидации своих методик.

ГСО Agilent произведены на предприятии, работающем в соответствии со стандартами ISO 9001 и руководства ISO № 34, и сертифицированы в испытательной лаборатории по стандартам ISO/IEC 17025. В стандартах Agilent используются элементы и вещества высочайшего уровня чистоты (как правило, 99,999+%), а также кислоты и растворители высокого уровня чистоты. Производится количественное определение и анализ сырья на наличие следовых примесей при помощи ИСП-МС Agilent. Металлы предварительно очищают кислотой и промывают водой высокой чистоты, а соли сушат до достижения постоянной массы. Растворы готовятся гравиметрически, в сверхчистой среде. Минерализация кислотой производится в предварительно очищенных емкостях из полиэтилена высокой плотности (ПЭВП) или ПТФЭ, чтобы избежать

загрязнения от реакционного сосуда. Весы и мерные колбы калибруются в соответствии с процедурами Национального института стандартов и технологий США (NIST). Нефтяные стандарты смешиваются в предварительно очищенных реакторах из ПЭВП или стекла.

ГСО Agilent для спектроскопии сертифицируются с использованием протокола высокоэффективной спектроскопии, разработанного NIST, а также с помощью классических методов с жидкими реактивами (титриметрический или гравиметрический метод). Как сертифицированные значения концентрации, так и значения неопределенности прослеживаются до серии спектрометрических стандартов ГСО 3100 NIST, что позволяет обеспечить высочайшую точность и прослеживаемость. Перед отправкой стандарты упаковываются в предварительно очищенные флаконы из ПЭВП и затем в полиэтиленовые пакеты с индикаторными наклейками. Флаконы перед использованием выщелачивают кислотой и трижды промывают деионизированной водой. Стандарты имеют длительный срок хранения, до 18–24 месяцев, что подтверждается долгосрочными исследованиями стабильности, проводимыми в соответствии с требованиями к аккредитации в рамках руководства № 34.

Все стандарты Agilent имеют полный сертификат анализа (CA). Количественное определение следовых примесей производится с помощью ИСП-МС Agilent и регистрируется в CA для стандартов ИСП-ОЭС/ИСП-МС.

В настоящее время компания Agilent предлагает полную линейку ГСО для спектроскопии, изготовленных в соответствии с ISO 17025 и руководством ISO № 34, для применения в системах AAC, МП-АЭС, ИСП-ОЭС и ИСП-МС. Компания Agilent также предлагает полный ассортимент одноэлементных и многоэлементных металлоорганических и биодизельных стандартов, базовых масел и чистых растворителей для подготовки рабочих стандартов для анализа смазочных присадок, металлов износа и нефтепродуктов. В производстве металлоорганических и биодизельных стандартов Agilent используются уникальные методы синтеза металлоорганических материалов, обеспечивающие чистоту и стабильность, необходимые для производства этого ассортимента одноэлементных и многоэлементных ГСО в органических матрицах, которые также сертифицированы в соответствии с руководством № 34 ISO. ГСО Agilent гарантируют качество, чистоту и воспроизводимость анализа.

Вот несколько вопросов, которые следует рассмотреть при подготовке калибровочных стандартов. Давайте поговорим об основных вещах, которые мы должны знать, но, возможно, забываем или не всегда следуем правильным процедурам:

- Срок годности стандарта еще не истек?
- Вы работаете с лучшими откалиброванными пипетками и лабораторной посудой класса А?
- Вы регулярно проверяете точность пипеток?
- Вы используете деионизированную воду для сведения загрязнения к минимуму?
- Вы используете метод последовательного разведения, чтобы избежать появления ошибок при больших разведениях?
- Как вы храните пробы? Для обеспечения наилучшей стабильности стандарты должны быть подкислены. Пластиковые емкости (фторопласт или ФЭП) обеспечивают наилучшую стабильность.

Вы регулярно пополняете стандарты? В частности, если вы работаете со следовыми количествами, очень важно готовить свежие стандарты при каждом запуске прибора. Это может означать приготовление каждый день или раз в неделю, в зависимости от загрузки.

## Снижение загрязнения

Необходимо помнить о вероятности загрязнения, поскольку источником загрязнения может стать все, с чем контактирует проба во время хранения, минерализации и даже во время анализа. Обратите внимание на чистоту реактивов. Всегда следует работать с лучшими доступными реактивами и проверять их СА. СА для разных партий может отличаться. Каков уровень потенциальных загрязнений в этой пробе? Проверка СА позволит определить присутствие элементов в повышенной концентрации, которая может создать проблему для предполагаемого применения. Обязательно закрывайте реактивы сразу же после использования.

Еще одной распространенной причиной загрязнения является используемая вода. Если вы не используете деионизированную воду или неправильно обслуживаете свою систему подачи воды, это может создавать проблемы. Если вы работаете с цветными наконечниками пипетки, они могут стать источниками загрязнения, в частности при контакте с такими элементами как медь, железо, цинк и кадмий. Предпочтительно выбирать для работы натуральные наконечники.

## Повышение точности

Для повышения точности необходимо уделить внимание процедурам минерализации пробы. Убедитесь, что вы используете наиболее подходящий способ минерализации. Также следует убедиться, что выбранная методика подходит для предполагаемого применения. Этот пункт одинаково важен как при работе с блочной системой минерализации, так и при работе с микроволновой системой.

Вы проверяли потерю определяемых веществ во время минерализации? Вы проверяли возможное загрязнение во время подготовки проб? Для этого следует провести процедуру подготовки проб и анализа с использованием ГСО. Такая проверка поможет подтвердить, что ваша система работает правильно.

Другая проверка на загрязнение включает в себя работу с холостым реактивом и добавление его в каждую партиюготавливаемых проб. Т. е. включение в процедуру подготовки очищенной воды. Проведите такие же измерения, которые вы проводите для пробы; получение результатов повышенной концентрации может говорить о загрязнении. Рекомендуется проводить проверку с холостым реактивом для каждого анализа. Нет необходимости проверять процесс минерализации при каждом цикле анализе, но периодическая проверка станет хорошей практикой, особенно при настройке новой методики.

## Аналитическая чувствительность

Одной из последних проверок для улучшения рабочих характеристик прибора является проверка достигаемой аналитической чувствительности. Юстировка горелки доставляет сложности многим пользователям. Необходимо оптимизировать положение горелки в вертикальном, горизонтальном и окружном направлении. Лучший способ добиться этого — использовать полоски для выравнивания и очистки горелки. Вы можете расположить их на горелке и затем использовать целевую область, чтобы убедиться в правильной юстировке горелки относительно света лампы с полым катодом. Таким образом вы сможете провести быструю визуальную проверку, чтобы убедиться в том, что световой пучок проходит параллельно порту горелки. Также рекомендуется проверять скорость подачи распылителя. В идеале она должна быть близкой к значению 5 мл/мин. При необходимости можно откорректировать настройку распылителя или очистить его, если наблюдается частичное засорение и низкая скорость подачи проб. После проведения этих предварительных настроек произведите забор стандарта и затем отрегулируйте систему для получения максимальной чувствительности. Для этого следует уделить внимание положению шарика-импактора и добиться с помощью регулятора наилучшей чувствительности и точности.

Затем перейдем к составу пламени: стехиометрический состав пламени особенно важен для элементов, для которых используется пламя на основе ацетилена и закиси азота, но также играет большую роль для элементов, которым требуется воздушно-ацетиленовое пламя. С помощью регулировки потока газа можно изменить чувствительность и добиться оптимальной производительности.

Регулировка потока ацетилена становится еще более важной при использовании пламени на основе ацетилена и закиси азота. На Рисунке 6 представлен пример условий оптимизации для горелки, работающей на закиси азота и ацетилене. Обычно с горелкой такого типа работают при необходимости проведения анализа самых огнеупорных элементов. Для таких элементов нужно добавить в пламя дополнительное количество ацетилена, для получения хорошей атомизации и сигнала. Обычно при работе с пламенем на основе закиси азота необходимо добавить дополнительное количество ацетилена. В условиях проведения анализа, перечисленных в аналитических рекомендациях, в примечаниях часто можно увидеть ссылки на «гребень» или высоту конуса пламени. Эти ссылки относятся к высоте цветной области, которую можно увидеть на Рисунке 6. Для получения насыщенного пламени необходимо увеличить поток ацетилена до восьми литров в минуту.



**Слабое**  
уменьшение потока  
ацетилена

**Стехиометрическое**

**Интенсивное**  
увеличение потока  
ацетилена

Рис. 6.

## Рекомендованный график техобслуживания

Ниже приведены указания, которые помогут вам в проведении техобслуживания. Это рекомендованный график техобслуживания для систем пламенной ААС. Следует заметить, что это всего лишь рекомендуемые условия; в зависимости от применения и рабочей загрузки графики могут отличаться. Их следует корректировать по необходимости в зависимости от эксплуатации прибора.

Самая важная составляющая — это проверки, которые нужно производить при каждом запуске прибора. Проверьте в начале анализа, что в баллонах достаточное количество газа, в частности ацетилена, чтобы убедиться в отсутствии переноса ацетона в газосепаратор прибора. Проверьте, что вытяжная вентиляция работает правильно. Проверьте скорость подачи распылителя и осмотрите горелку, чтобы убедиться в ее чистоте и готовности к анализу. После этого можно начинать анализ.

В конце цикла анализа следуйте рекомендованной процедуре выключения для промывки системы ввода проб, а затем опустошите емкость для отходов. Также рекомендуется протереть внешние поверхности системы атомно-абсорбционной спектроскопии, в частности в отсеке для пробы, чтобы удалить все скопившиеся на них остатки кислоты.

Еженедельно либо по необходимости очищайте горелку и систему атомизации пламени. В процессе очистки проверьте компоненты, в частности шарик-импактор, и состояние всех уплотнительных колец, чтобы убедиться в их пригодности к работе. Если уплотнительные кольца перегнуты, повреждены или очевидно растянуты, их следует незамедлительно заменить, в противном случае они не смогут выполнять свою функцию и обеспечивать надлежащее уплотнение. Периодически проверяйте оптические окна прибора и очищайте их по необходимости.

Если следовать этим процедурам, вы сможете добиться хорошей и постоянной производительности своего прибора.

## Основные расходные материалы для ААС

Ниже приведены общие рекомендации по распространенным расходным материалам и припасам, которые могут вам потребоваться для работы с прибором. Всем приборам необходимы лампы с полым катодом, а также стандарты для калибровки (ГСО). В системах пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии расходными материалами в основном являются детали системы ввода проб, например шарики-импакторы, полоски для очистки горелки, компоненты распылителя, капиллярные трубки и т. п., которые лучше иметь в запасе. При возникновении засорения или поломки можно разобрать распылитель, заменить компонент и продолжить анализ.

Хотя в данной презентации мы не рассматриваем подробно другие методики ААС, но можем привести рекомендации по основным расходным материалам, которые лучше иметь под рукой. Для систем ААС с атомизацией в графитовой печи следует иметь в запасе графитовые трубки, флаконы для проб, капиллярные дозаторы, шприц для автосамплера и модификаторы матрицы. Для систем ААС с генерацией паров следует иметь в запасе кварцевые ячейки для атомизации, трубки к перистальтическому насосу и соединительные трубки.

Agilent предлагает широкий ассортимент комплектов расходных материалов или, как мы их называем, комплектов рабочих материалов, где в одном каталожном номере содержатся все запасы, необходимые для работы. Мы предлагаем такие комплекты для систем пламенной ААС (Рисунок 7) и ААС с атомизацией в графитовой печи, а также для некоторых других методик или вспомогательного оборудования, которое вы можете использовать. Каждый комплект содержит все компоненты, необходимые для обеспечения работы прибора в стандартном режиме на срок до одного года.

### Компоненты в комплекте рабочих материалов

1 распылитель Вентури, PEEK

1 комплект капиллярных трубок для распылителя

1 блок распылителя, фторированный

1 упаковка из 5 стеклянных шариков-импакторов

1 упаковка капиллярных трубок для проб с высоким содержанием капиллярных веществ, 3 м

1 уплотнительное кольцо Mark 7 для водных растворов

1 упаковка из 5 крыльчаток, фторированных

1 упаковка из 100 карт для чистки и юстировки горелки



Рис. 7.

Иметь в запасе такой комплект — это удобный способ обеспечить наличие необходимых запасных деталей в нужный момент. Эти комплекты рабочих материалов можно заказывать на ежегодной основе для обеспечения оптимальной производительности оборудования в течение всего года.



Рис. 8.

На Рисунке 8 представлен ассортимент товаров Agilent для атомной спектроскопии. Компания Agilent предлагает широкий спектр приборов, начиная от систем плазменной ААС до передовых систем ИСП-МС-QQQ, обеспечивающих функцию тандемной масс-спектрометрии для уникального контроля устранения интерференций в режиме реакции. Компания Agilent готова предоставить необходимые вашей лаборатории продукты вне зависимости от применяемых методик и типов выполняемых анализов.

## Выводы

Мы предоставили рекомендации и советы, которые помогут добиться наилучшей производительности и получать высококачественные результаты при работе с вашим прибором. Большинство проблем, с которыми вы сталкиваетесь, зависят от состояния и настройки системы ввода проб. Уделяя должное внимание настройке, состоянию, техническому обслуживанию системы ввода проб (горелка, распылительная камера и распылитель) и обеспечив правильное техобслуживание этих зон, вы сможете добиться наилучшей производительности.

Отложения в любом месте системы ввода проб могут повлиять на скорость, с которой проба подается в пламя, что способствует дрейфу сигнала и может стать причиной загрязнения. Правильное техобслуживание этой зоны поможет улучшить получаемые результаты, качество данных и преодолеть возможные проблемы. Установление процедур регулярного техобслуживания предоставит аналитикам простые способы выявления и исправления проблем.

Эти советы и рекомендации помогут вам проводить обслуживание прибора и достичь наилучших рабочих характеристик и производительности.

## Ресурсы

И в конце мы представляем обзор дополнительных ресурсов, которые могут вам помочь. Недавно компания Agilent представила информационный портал AAC — информационный сайт для всех пользователей приборов атомно-абсорбционной спектрометрии ([www.agilent.com/en/promotions/aa-resources](http://www.agilent.com/en/promotions/aa-resources)). Главная особенность информационного портала AAC — это видеоматериалы по техническому обслуживанию и устранению неисправностей, относящиеся к системам пламенной, атомно-абсорбционной, атомно-абсорбционной с атомизацией в графитовой печи спектрометрии и лампам с полыми катодами.

Ниже представлен список дополнительных ресурсов в помощь пользователям систем атомно-абсорбционной спектрометрии:

[Часто задаваемые вопросы о лампах](#)

[Запасные части и расходные материалы для систем атомно-абсорбционной спектрометрии](#)

[Рекомендации по применению](#)

[Каталог расходных материалов для спектроскопии](#)

[Стандарты/ГСО](#)

[Расходные материалы для приборов PerkinElmer](#)

[Вебинары по атомной спектроскопии](#)

[Краткое справочное руководство по атомно-абсорбционным спектрометрам](#)

## Информация об авторе

Эрик Ванклай работает продукт-менеджером в отделе расходных материалов для спектроскопии в компании Agilent Technologies, находящейся в Мельбурне, Австралия. В 1985 году он закончил Университет Монаша в Мельбурне, Австралия, со степенью бакалавра наук в химии. В 1988 году Эрик пришел на работу в компанию Varian и занимал там несколько должностей, включая должность специалиста по продукции для атомно-абсорбционной спектроскопии, менеджера по продукции для атомно-абсорбционной спектроскопии, менеджера по экспортному маркетингу, специалиста по продажам/применению в европейском регионе (атомная спектроскопия), продукт-менеджера по ИСП-ОЭС и продукт-менеджера по МП-АЭС. После приобретения компании Varian компанией Agilent Technologies Эрик перешел на должность продукт-менеджера по маркетингу расходных материалов для спектроскопии и занимался организацией продаж на местах, поддержкой покупателей, разработкой продукции и маркетингом расходных материалов для спектроскопии. Он обладает 30-летним опытом работы со всеми методиками атомной спектроскопии.



[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Информация может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Напечатано в США, 11 апреля 2019 г.  
5994-0858RU

