

荧光分析仪标准曲线漂移的原因分析与处理

罗良溪

(广东广信青洲水泥有限公司,广东 云浮 527300)

中图分类号:TQ172.16 文献标识码:B 文章编号:1002-9877(2005)02-0047-01

荧光分析仪的标准分析曲线在使用一段时间后,会发生漂移现象,主要表现为测量结果出现较大误差,这一现象通过与监督样的对比分析较易发现;若与监督样的对比分析时结果没有明显的变化,而在测量生产样品时与化学分析的结果相差较大时则较难被发现,易对未知样品的测量产生较大误差。笔者根据十年来的工作经验,谈谈一些看法:

1)由于样品在测量时会被X光所激发,每次会发生微小变化,若多次测量时,会在样品表面产生变化,多次累积后便产生明显的变化了,而我们分析曲线时使用的标准样品产生背景漂移便属此类,而每次变化都在允许范围内,相邻两次变化不明显,多次累积则能对标准曲线制作产生影响。另外,标准样品在保管过程中会吸湿,吸取空气中的CO₂等而使样品表面的化学成分发生变化,这也会导致标准样品、监督样发生背景漂移。

2)仪器的固定探测器长期使用后,窗膜会破损而污染阳极丝,使通道的PHD曲线肥大,渐渐不能使用,这只有测量通道的PHD曲线对比才能发现。而一般情况下不会测量PHD曲线,直到反映在测量样品时,其分析数据与化学分析数据相差较大时才能被发现。而监督样则没有明显变化,甚至没有变化,此类漂移较为隐蔽,不易觉察。

3)我们制作标准曲线一般是通过对比法来实现

的。这就需先测量一大组标准样品,取得准确的化学浓度数据。再通过测量取得该组样品的每项KCPS与原已知化学浓度进行对比取舍,从而获取该样品的标准曲线。然后通过测量未知样品的KCPS与标准曲线进行对比换算出样品的化学浓度。这就要求标准样品性能稳定、数据准确。

针对上述问题,笔者认为可以通过下面方法予以预防与纠正:

1)由于建立标准曲线时使用的压片被放置一段时间并经多次测量后,会发生一些物理化学反应,使测量结果偏差加大。可定期更换标准样压片和勤换干燥剂,有条件的最好使用熔片。

2)防止因仪器本身变化造成漂移,可以定期、专人负责观察仪器变化,如样品的稳定性测试、PHD曲线有漂移能第一时间获悉并解决。

3)对标准样品可采取滚动式更换,定期对标准样进行抽样监测(运用化学元素分析手段),当发现样品的烧失量变化大时,说明该标准样已发生变化,若条件许可,可考虑更换。

4)对标准样的采集、选取和应用,应建立一套行之有效的制度,固定标准样的采集来源,选择标准应用实效的反馈进行修正,特别是烧失量变化严重的样品。

(编辑 王新频)

耐磨实用材料——铸石

铸石管:通径 100~750mm 复合式、夹套式

铸石板:厚度 20~50mm 按需加工

浙江春江集团(杭州铸石厂)

电话/传真:(0571)63322784, 63322788

(0)13806516170, (0)13968161706

地址:浙江富阳市迎宾路 33-1(311400)

联系人:顾厂长 徐科长