

电感耦合等离子体原子发射光谱仪故障与处理

徐崇颖, 王 茜*, 许 伟, 丁明浩, 祁春景

(河北省地质实验测试中心, 河北保定 071051)

摘 要:电感耦合等离子体原子发射光谱仪具有稳定性高、检出限低、线性动态范围宽、分析速度快等特点,在金属材料、水质及环境、矿产资源等众多领域实验室的检测工作中被广泛应用。以 MPX-VISTA 电感耦合等离子体原子发射光谱仪为例,归纳了自激式等离子体发生器中火焰监测装置、振荡电路及附属电路、控制电路、气路系统等 4 个仪器方面的常见故障,通过系统地分析仪器等离子体发生器的结构及原理,找到了故障原因,并介绍了处理方法。对于从总体上把握等离子体发生器结构及快速处理等离子体发生器部分的故障提供了一种思路,降低等离子体发生器故障率,确保其能稳定有效地工作,为日常测试提供准确的分析数据。

关键词:电感耦合等离子体原子发射光谱仪;故障;处理

中图分类号:O657.31

文献标志码:A

文章编号:1000-7571(2020)02-0066-06

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)分析是原子光谱分析技术中应用最为广泛的一种,不仅是冶金、机械、地质等部门不可缺的分析手段,而且在有机物、生化样品的分析、环境检测和食品安全监控等方面的优越性日益展现,已成为当前最具优越分析性能和实用价值的实验室必备检测手段^[1]。电感耦合等离子体原子发射光谱仪主要由电感耦合等离子体(ICP)发生器和光谱仪两大部分组成。电感耦合等离子体发生器包括高频电源、进样装置及等离子体炬管等^[2]。高频电源的产生主要有自激式振荡电路和他激式震荡电路两种,早期的电感耦合等离子体原子发射光谱仪多使用自激式高频发生器,该类型电路简单,调试容易,负载(ICP 火焰)发生变化^[3]。我单位使用的瓦里安 MPX-VISTA 型电感耦合等离子体原子光谱仪为自激式发生器,经过多年的使用,发现 ICP 发生器是电感耦合等离子体原子发射光谱仪整个仪器系统中故障率较高的部分,维护保养不到位,就会造成仪器工作效率降低,甚至根本不能工作的后果^[4-6]。本文就 ICP 发生器经常出现的故障及处理方法加以分析,给使用相似型号的仪器用户提供仪器故障诊断方面的参考。

1 ICP 发生器结构图及工作原理

1.1 ICP 发生器结构图

ICP 发生器主要有 3 个部分组成,包括高频发生器、等离子体炬管及进样装置等,如图 1 所示。

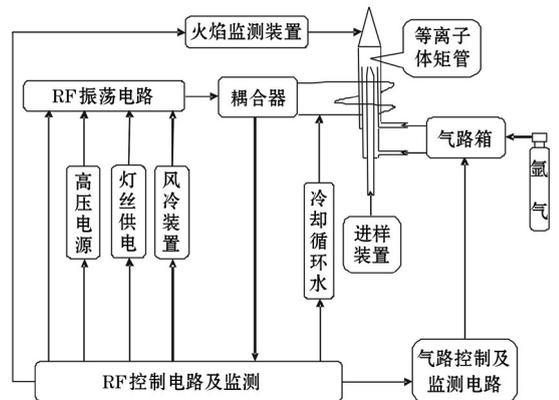


图 1 ICP 发生器结构图

Fig. 1 Sketch of structure of ICP generator

1.2 工作原理

ICP 炬管是 ICP 火焰形成的重要部分,它是由三层同心石英管套接而成。三层石英管内通入工作气体,通常选择氩气。最外层管通入的氩气称为等

收稿日期:2019-08-19

基金项目:河北省自然科学基金资助项目(C2014201032)

作者简介:徐崇颖(1980—),男,高级工程师,硕士,研究方向为分析仪器的维修与应用;E-mail: xuchongying@sina.com

* 通讯联系人:王 茜(1988—),女,工程师,硕士,研究方向为分析仪器的维修与应用;E-mail: guodonger73@sina.com

离子体气,有冷却炬管的作用;中间管通入氩气,称为辅助气,起到托起 ICP 火焰的作用,防止等离子体焰炬烧坏内壁。内管通入氩气,又称载气,用于导入试样气溶胶。

ICP-AES 进样系统是把液体试样雾化成气溶胶导入 ICP 光源的装置,通常由雾化器和雾室及相应的供气管路组成。

高频发生器(简称 RF)在 ICP-AES 中又称高频电源或等离子体电源。它是 ICP 火焰的能源。目前使用的高频发生器有两种类型:自激式高频发生器和它激式高频发生器,它们都能满足提供 ICP 火焰的能源及 ICP-AES 分析的要求。我单位使用的瓦里安 MPX-VISTA 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪为自激式发生器。自激 RF 功率震荡电路由电感、电容实现的 LC 振荡回路,以及正反馈电子管功率放大器组成。该震荡电路是工作在丙类状态的功率放大器,振荡频率约为 40 MHz。简单的自激振荡电路输出功率的稳定性无法满足 ICP-AES 的要求,要采用功率反馈改进输出功率的稳定性,即振荡回路的电感线圈同时也是等离子体负载线圈,大功率电子管能量通过电感耦合方式供给等离子体,耦合电路耦合出功率信号反馈至控制电路,实现功率的自动控制。

该仪器 ICP 发生器设计涉及到高压电源、风冷、水冷、功率管灯丝、等离子体火焰、气路等多个部分,每一部分都会对仪器的分析状态造成影响。为了更好地检测仪器各部分的工作状态,仪器设计了监测传感器及保护连锁开关,一旦报错,等离子体就会熄灭,防止故障扩大。同时,给出相应报错信息,供用户参考。

2 常见故障现象及处理

2.1 火焰监测装置故障

2.1.1 故障现象

仪器报错:1245 内部错误:等离子体熄灭(1245 Internal Error:Varian reference-plasma has gone out)。

2.1.2 故障分析与处理

该仪器采用光纤感应火焰,只要火焰非正常熄灭,均报此错误提示。如无其他错误提示,则应首先检查火焰监测装置是否出现故障,以此确定感光装置失败和火焰熄灭的先后次序。长期使用后,光纤采光面变脏或被光纤外套挡光,使采光量减小,出现火焰被误认为已熄灭,而关掉高压电源。

切掉一段光纤及其保护套,并使光纤能够正确

感光。在仪器待机状态下,可借助照明设备,照亮光纤探头,观察 RF 控制板上的火焰状态指示灯,确定火焰监测装置是否正常。之后正常点燃等离子体,观察一段时间,等离子体没有熄灭,且仪器没有报错。

2.2 等离子体端故障

2.2.1 故障现象

火焰监测装置正常,等离子体熄灭,且炬管内有水珠出现。

2.2.2 故障分析与处理

观察火焰熄灭前是否跳动,如火焰抖动严重,并且炬管内有水珠,一般推测为废液排放不畅,导致炬管内积水引起的火焰熄灭。首先观察废液管是否发生形变或破损。废液管长时间与蠕动泵进行挤压,弹性会变差,甚至会发生破损现象,使正常的排液受到影响,而导致雾化室积水^[7],水珠被带至等离子体引起负载发生突变,等离子体控制电路调节失败而关闭高压电源。其次,要观察废液管安装方向是否正确,若装反,会导致废液无法排除。安装泵管时,先将废液管调节顺畅,要确保废液管的安装方向与蠕动泵的转动方向保持一致,接着开启蠕动泵,将雾化室内积存的废液排放出去。

另外,当被测样品盐分过高使炬管中心管堵塞时,等离子体也会熄灭,应采用稀硝酸或王水清洗炬管。当被测样品固体总溶解量较高时,应采用氩气加湿装置(ASA),载气中水分可有效降低雾化器及炬管中心管沉积物的形成^[8]。

2.3 振荡电路及附属电路故障

2.3.1 过电流故障

2.3.1.1 故障现象

仪器报错:1254 内部错误:过电流故障(1254 Internal Error:Varian reference-over current failure),且等离子体熄灭。

2.3.1.2 故障分析与处理

在自激式高频电源中,大功率电子管作为功率输出器件,为振荡电路提供源源不断的能量。它属于消耗性器件,可根据电子管的安装时间和等离子体点燃时间,推测电子管寿命是否已接近极限,一般情况下为灯丝点亮 5000 h 后,更换电子管。

大功率电子管温度过高也会报过电流故障。阴极电子不断轰击阳极,产生大量的热量,在该仪器电路中,功率管热量由风冷装置散逸,长时间工作后,风冷装置的过滤网(如图 2 所示)被灰尘堵塞或功率管散热片被脱落的金属碎片堵塞(如图 3 所示),致使电子管温度过高而报过电流错误。因此应经常检

查过滤网及功率管,避免功率管因散热效果差而缩短寿命。如功率管散热片发生堵塞,应将其取下,用刀片将功率管散热片的脱落物去除干净,在操作中不能震动功率管,防止灯丝震断。

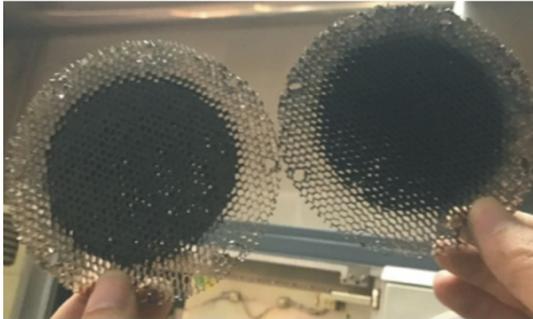
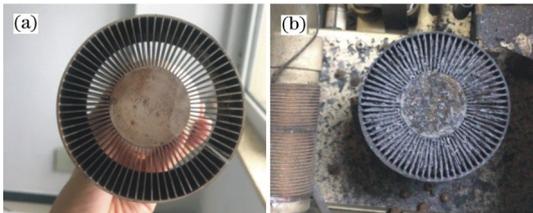


图2 被灰尘堵塞的过滤网
Fig. 2 Filter blocked by dust



(a) 正常的功率管; (b) 被金属碎片堵塞的功率管。

图3 功率管
Fig. 3 Power tube

2.3.2 冷却风流量不足

2.3.2.1 故障现象

仪器报错:1250 错误:冷却风流量不足(1250 Error:RF power tube air flow failure),且等离子体熄灭。

2.3.2.2 故障分析与处理

经测试,设备正常工作时,炬室上方出口风速应保持在 1.5 m/s 左右。无论是点火还是待机状态下,风冷装置的风机均处于运转状态,长期工作后,风机叶轮上会堆积大量的尘土,风量降低。除此之外,长期累积的灰尘堵塞风压传感器感应入口,使风压传感器误报错。

应定期清理叶轮上的尘土,保证充足的风量降低功率管温度。在维护过滤网及风机时,还应清理传感器风量感应入口,防止被堵塞而误报错。

2.3.3 功率管电压失灵

2.3.3.1 故障现象

仪器报错:1251 错误:功率管电压失灵(1251 Error:RF power tube voltage failure),不能点燃等

离子体。

2.3.3.2 故障分析与处理

灯丝供电变压器输出 6.3 V 左右交流电压,经过低滤波电路为大功率电子管阴极灯丝供电,RF 控制板控制和监测着灯丝供电变压器的输出,如图 4 所示。在工程师界面中,打开灯丝供电,使用万用表测量灯丝变压器输出,输出为 0 V,测量灯丝变压器输入端也为 0 V,因此推断为 Triac/SSRELAY 控制板故障,经检查发现电路板上 3.15 A 延时保险被烧毁,致使灯丝变压器输入为 0,更换相同型号保险,仪器恢复正常。

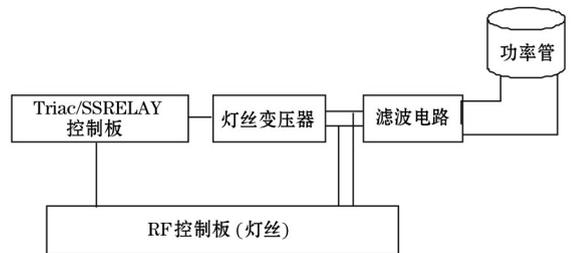


图4 功率管工作示意图

Fig. 4 Schematic diagram of power transistor operation

2.3.4 RF 功率箱内部异响

2.3.4.1 故障现象

在仪器点火过程中,振荡箱内有“噼啪”的放电声,无法点燃等离子体。

2.3.4.2 故障分析与处理

此情况在夏季或室内湿度较大时容易出现,多为电容放电造成。该仪器高压电源产生最高 7 kV 的直流电压,经三组 LC 滤波电路后,为电子管阳极供电,滤波电容为 7.5 kV、1000 pF。若仪器室湿度较大时,对地电容(如图 5 中矩形框所示)容易被击

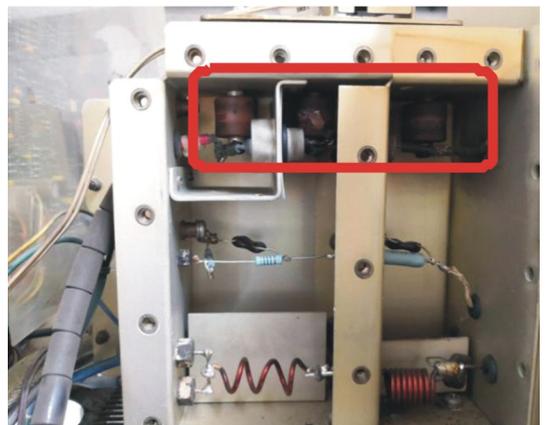


图5 振荡箱(矩形框内为对地电容)

Fig. 5 Oscillation box (the capacitance to ground in rectangle frame)

穿而放电。因此,应让仪器室的湿度保持在60%以内^[9],并使设备保持待机状态。

2.3.5 等离子体工作线圈匝间放电

2.3.5.1 故障现象

点火过程中,RF工作线圈匝间放电,无法点燃等离子体。

2.3.5.2 故障分析与处理

循环冷却水将工作线圈产生的热量带走。但是,只要打开循环水机,循环水直接在线圈内循环,没有旁路。因此,在不点火时,线圈上容易形成冷凝水水珠,一旦点火,工作线圈就会出现匝间放电,损坏线圈。因此,点火前,不要过早打开循环水机,在空气湿度较大时,点火前还应检查线圈上是否有凝结的水珠。

由于样品中试剂的腐蚀,线圈长期工作后会出现毛刺,高频电流的趋肤效应极易使线圈出现放电现象^[10]。遇到此种情况,急于尝试再次点火会使故障进一步扩大,应采用四氯化碳将线圈上的积炭(如图6中矩形框所示)清理干净^[11],必要时应取下线圈,用细砂纸将毛刺去除,线圈如没有漏水一般都可继续使用。



图6 RF工作线圈

Fig. 6 RF working coil

2.4 气路系统故障

2.4.1 气体压力低

2.4.1.1 故障现象

仪器报错:1202 错误:气体压力低(1202 Error: Low argon pressure check argon supply and pressure),点火失败。

2.4.1.2 故障分析与处理

仪器气路系统包括光路系统的光室吹扫气、接口吹扫气,等离子体工作需要的冷却气、辅助气、载气。该仪器氩气进气端有一个过滤器,如图7矩形

框标注所示。发生堵塞后,在仪器待机状态下,不会报错,但氩气的压力会影响等离子体火焰气氛。点火过程中,若氩气过滤器堵塞,进气压力会低于仪器压力传感器设定值340~360kPa,使得设备报错、熄火。这时可将氩气过滤器取下后先用丙酮清洗,再放入纯水中超声波,干燥后重新装入,正常点火后观察一段时间,再无报错。有时,仪器会出现在无任何报错提示情况下,点火失败,此时除了考虑氩气纯度的问题^[11],也要考虑氩气过滤器是否堵塞,可以清洗以排除此原因。

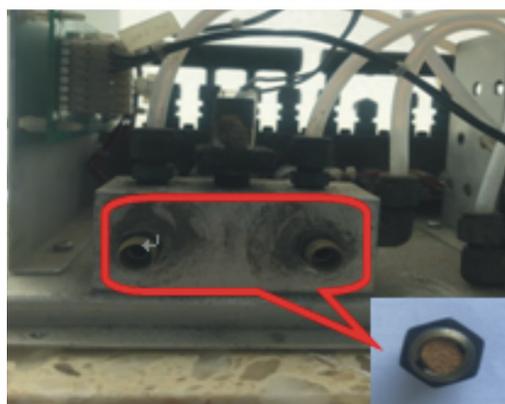


图7 氩气进气端(矩形框所标为氩气过滤器)

Fig. 7 Argon inlet port (argon filter marked in rectangle box)

2.4.2 气路箱异响

2.4.2.1 故障现象

在仪器诊断界面中,关闭辅助气时,气路箱有金属抖动异响声。

2.4.2.2 故障分析与处理

ICP气路系统是通过0.75和1.50L/min两个电磁阀控制固定流量气路,从而配置出0.75、1.50L/min和2.25L/min 3档流量,如图8所示。此



图8 气路箱(矩形框内为ICP气路系统)

Fig. 8 Air box (ICP air system in rectangle box)

故障可通过测量气体流量的方法查找故障原因。在诊断界面下,打开辅助气,调节流量,选用 10 L/min 的流量计,逐一测试,发现辅助气设置在 1.50 和 2.25 L/min,流量相同,都为 1.5 L/min 左右,因此推断 0.75 L/min 电磁阀阀体存在问题,可能影响点火,通过控制电磁阀的方式找到该电磁阀,更换同型号后,无异响,且流量正常。

3 结语

美国瓦里安早期生产的 VISTA-MPX、PRO 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪,以及安捷伦收购瓦里安后,推出的 700ES 系列电感耦合等离子体原子发射光谱仪都采用文中所述的 ICP 发生器。因此本文可对以上型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪器的故障处理提供参考。

参考文献:

- [1] 郑国经.电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪器与方法的新进展[J].冶金分析,2014,34(11):1-10.
ZHENG Guo-jing. New advances in inductively coupled plasma atomic emission spectrometric instruments and methods[J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(11): 1-10.
- [2] 辛仁轩.等离子体发射光谱分析[M].北京:化学工业出版社,2018:49.
- [3] 郑国经,计子华,余兴,等.原子发射光谱分析技术及应用[M].北京:化学工业出版社,2009:186.
- [4] 赵庆令,李清彩. Thermo6300 型电感耦合等离子体发射光谱仪常见故障及排除方法[J].岩矿测试,2010,29(2):196-198.
ZHAO Qing-ling, LI Qing-cai. Trouble shooting for common faults in Thermo 6300 inductively coupled plasma atomic emission spectrometer[J]. Rock and Mineral Analysis, 2010, 29(2): 196-198.
- [5] 翟淑珍. ICP 发射光谱仪等离子体点火故障及检查方法[J].氯碱工业,2005,34(11):35-36.
ZHAI Shu-zhen. ICP emission spectrometer plasma ignition fault and detection method[J]. Chlor-alkali Indus-

- try, 2005, 34(11): 35-36.
- [6] 刘钢耀,吴刚,安静.单道顺序等离子体发射光谱仪常见故障分析[J].包钢科技,2008,34(6):57-58.
LIU Gang-yao, WU Gang, AN Jing. Analysis on common troubles of sequential scanning spectrophotometer of inductively coupled plasma[J]. Science & Technology of Baotou Steel (Group) Corporation, 2008, 34(6): 57-58.
- [7] 李丹,刘楠才,常文林. Varian725 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪的使用和维护保养[J].有色设备,2018(6):92-98.
LI Dan, LIU Nan-cai, CHANG Wen-lin. Operation and maintenance of Varian 725 inductively coupled plasma atomic emission spectrometer[J]. Nonferrous Metallurgical Equipment, 2018(6): 92-98.
- [8] 杨利峰,王建新,吴志鸿,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定石灰石中铁、铝、钙、镁、硅[J].化学分析计量,2017,26(4):53-54.
YANG Li-feng, WANG Jian-xin, WU Zhi-hong, et al. Simultaneous determination of Fe, Al, Ca, Mg, Si in limestone by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2017, 26(4): 53-54.
- [9] 钟鸣,李小平.电感耦合等离子体发射光谱仪 iCAP6300 型在分析应用中常见故障及排除方法[J].江西化工,2017(4):16-18.
ZHONG Ming, LI Xiao-ping. Common faults and removal methods of ICP emission spectrometer iCAP 6300 in analytical application[J]. Jiangxi Chemical Industry, 2017(4): 16-18.
- [10] 陈志鹏.碰撞条件下多凹腔型感应耦合等离子体组合性质和反常趋肤效应的实验研究[D].合肥:中国科学技术大学,2010.
- [11] 王江洪. ICP-OES 在分析有机样品中金属元素常见故障排除及注意事项[J].现代科学仪器,2014(4):165-169.
WANG Jiang-hong. Troubleshooting for common faults and notes by ICP-OES analyzing metal elements in organic solvent[J]. Modern Scientific Instruments, 2014(4): 165-169.

Fault analysis and treatment of inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

XU Chong-ying, WANG Qian*, XU Wei, DING Ming-hao, QI Chun-jing
(Hebei Research Center for Geoanalysis, Baoding 071051, China)

Abstract: Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-AES) has the characteristics of

high stability, low limit of detection, wide linear dynamic range and fast analysis speed, and it has been widely used in laboratory detection in many fields such as metal materials, water quality, environment and mineral resources. MPX-VISTA inductively coupled plasma emission spectrometer was selected as an example. The common faults of flame monitoring device, oscillation circuit and auxiliary circuit, control circuit and gas system in self-excited plasma generator were summarized. The causes of faults were found by systematically analyzing the structure and principle of instrumental plasma generator. Moreover, the treatment methods were introduced. It provided an idea to grasp the structure of plasma generator and deal with the faults quickly. It could reduce the fault rate of plasma generator, ensure its stable and effective operation, and provide accurate analysis data for routine tests.

Key words: inductively coupled plasma atomic emission spectrometer; fault; treatment

《物理测试》征稿启事

《物理测试》(CN 11-2119/O4;ISSN 1001-0777)由中国钢铁工业协会主管、中国钢研科技集团有限公司主办、北京钢研柏苑出版有限责任公司编辑和出版发行,是金属材料检测领域重要的专业技术刊物之一,也是全国冶金物理测试信息网的网刊,已被“中国知网”独家收录,其影响因子正逐年上升。

《物理测试》以“求实创新,服务企业”为目标,坚持理论与实践相结合的原则,注重文章的学术性和应用性,重点报道检测领域的新技术、新方法、新成果、新设备和新标准,是金属材料检测领域进行学术研究、信息沟通、经验交流的优质平台。

为了更好地为读者服务,加强学术交流,特向广大作者和读者征集原创科技论文。

一 征稿对象

在生产企业、科研单位、大专院校、质检、商检、安监等部门从事金属材料研究、生产、加工和使用的专家、学者、工程技术人员、研究生、管理人员等。

二 征稿范围

在金属材料的生产和使用过程中,与金属材料的检验和测试相关的科学技术论文。重点报道新技术、新工艺、新方法、新材料、新设备、新标准的研究和应用。具体包括:样品采集和制备;金属材料微观组织检验和分析;物理常数、织构的测定;不同温度条件下金属材料的硬度、拉伸性能、冲击性能、疲劳性能、蠕变性能的测定;金属材料表面缺陷、涂镀层、表面质量的测试和评判;无损探伤、光谱检测;金属材料的成分、组织、处理工艺对性能的影响研究。

三 投稿方式

请登录“钢铁期刊网”网站(<http://www.chinamet.cn>),点击《物理测试》的图标或刊名导航条,进入《物理测试》期刊的首页了解详情。

四 联系方式

联系人:杨希 电话:010-62182617 传真:010-62185134 邮箱:wuliceshi@163.com

通讯地址:北京市海淀区学院南路76号 邮编:100081