

• 工作经验 •

# API 100A 型二氧化硫分析仪的校准与诊断

李 军, 黄小蕾

(连云港市环境监测中心站, 江苏 连云港 222001)

中图分类号: X851

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2004)01-0037-02

100A 型二氧化硫分析仪(API 公司)和 9850 型二氧化硫分析仪(ML 公司)已为我国许多环境监测站采用,今对 100A 型二氧化硫分析仪的校准和技术诊断作一阐述。

## 1 校准前的检查及诊断处理

### 1.1 气路检查及处理

采样流量不在正常范围内(650 mL/min ± 6.5 mL/min),作如下检查及处理:

(1) 拆除仪器进气口螺母及粒子过滤器进气口螺母,疏通管道和进气口。

(2) 检查粒子过滤器滤膜,如脏应更换。

(3) 拆除仪器后部右侧气孔螺母,检查烧结过滤片及限流孔,进行更换及疏通。

(4) 检查泵膜,如有裂缝应更换。

(5) 接通电源,用一级流量计测试流量,调节流量传感器上 R3 电阻,使面板流量读数与实测值一致。

### 1.2 光路检查及诊断调节

(1) 拧松紫外灯指旋螺钉,转动或垂直移动灯至灯峰电压时,固定。

(2) 调节光室后部紫外灯探测器内的旋钮,使 UV LAMP 显示读数为 3 500 mV ± 200 mV,若达不到此要求,应调至灯峰电压值。

(3) 若灯峰电压值低于 1 000 mV,建议更换紫外灯。

(4) 按面板 SETUP- MORE- DIAG,翻页到 OPTIC TEST,按 ENTR 进行光测试。翻动 TEST 菜单到显示 PMT 项,调节前放板上的增益旋钮 R25 直至显示值为 2 000 mV ± 50 mV,退出。

(5) 检查面板 STR LGT 散射光值,若此值过高(> 0.262 mg/m<sup>3</sup>),在排除紫外灯老化、漏光及漏气等因素后,清洗反应室。

(6) 检查面板 DRK PMT 背景值,若读数偏高,应进行反应室漏光检查及进行斩光闸(SHUTTER)闭合完全测试。

### 1.3 电路检查与诊断调节

(1) 检查面板高压电源(HVPS)值,若高于 900 V,且仪器处于低值响应,应更换光电倍增管。

(2) 按面板 SETUP- MORE- DIAG,翻页到 ELEC TEST,按 ENTR 进行电测试。翻动 TEST 菜单到显示 PMT 项,调节前放板上的增益旋钮 R25 直至显示值为 2 000 mV ± 50 mV,退出。

## 2 校准

### 2.1 手工零点校准

(1) 通过 API MODEL 700 输入零气,按 CAL 键,等候 10 min。

(2) 按 ZERO、按 ENTR 确认零点。

### 2.2 手工跨度校准(以输入 SO<sub>2</sub> 1.05 mg/m<sup>3</sup> 为例)

(1) 通过 API MODEL 700 输入标准气,按 CAL 键,等候 10 min。

(2) 若面板读数与标准值误差较小,如 ρ(SO<sub>2</sub>) = 1.05 mg/m<sup>3</sup> ± 3% 时,一般不予修正。

(3) 若在 ρ(SO<sub>2</sub>) = 1.05 mg/m<sup>3</sup> ± 10% 范围内则按 SPAN,按 ENTR 确认标气浓度即可。

(4) 若面板读数与实际输入 SO<sub>2</sub> 值差异较大(面板读数 < 0.92 mg/m<sup>3</sup> 或 > 1.18 mg/m<sup>3</sup>),应进行高压电源(HVPS)调节。调节前放板上的高压粗调 S2, S2 钮每顺时针旋转一格, HVPS 约增加 80 V, SO<sub>2</sub> 质量浓度增加 0.7 mg/m<sup>3</sup> 左右; 高压细调 S1 钮,每顺时针旋转一格, HVPS 约增加 4 V, SO<sub>2</sub> 质量浓度增加 0.05 mg/m<sup>3</sup> 左右。通过 S2、S1 钮的调节,

收稿日期:2003-03-25; 修订日期:2003-11-08

作者简介:李 军(1974-),男,江苏连云港人,工程师,学士,从事环境自动监测工作。

使面板显示  $\text{SO}_2$  质量浓度值接近  $1.05 \text{ mg/m}^3$ 。按 SPAN、按 ENTR 确认跨度数值。

(5) 因调节高压电源(HVPS)而导致光路变化,则必须重新进行光测试。按面板 SETUP- MORE-DIAG, 翻页到 OPTIC TEST, 按 ENTR 进行光测试。翻动 TEST 菜单到显示 PMT 项, 调节前放板上的增益旋钮 R25 直至显示值为  $2\ 000 \text{ mV} \pm 100 \text{ mV}$ , 退出。

(6) 继续稳定数分钟, 通过高压细调 S1 钮及前放板上的微调旋钮 R19 调节面板  $\text{SO}_2$  读数稳定至  $1.05 \text{ mg/m}^3 \pm 0.01 \text{ mg/m}^3$ , 按 SPAN、按 ENTR 确认跨度数值。

### 2.3 再次手工零点校准

因调节高压电源(HVPS)而对零点造成影响, 因此必须再进行一次零点校准。校准步骤同 2.1。

### 2.4 多点校准

输入一系列  $\text{SO}_2$  量, 绘制标准曲线, 应保证相

关系数  $> 0.99$ , 斜率在  $0.99 \sim 1.01$  之间。若差距较大, 应按 2.1 及 2.2 步骤重新校准, 同时对梯度浓度进行微调。

## 3 说明

(1) 对于无 API MODEL 700 及 701 系统的子站, 可用内部零气和渗透管代替。

(2) 高压细调 S1、粗调 S2 及微调旋钮 R19 的调节都会对光路系统产生影响, 因此每次调节后都应进行一次光测试, 并用增益旋钮 R25 进行调整。

(3) 在仪器校准前, 应至少开机 1 h 以上, 以保证仪器达稳定状态。在仪器校准零点及跨度时, 应至少稳定 10 min 以上, 待读数稳定后, 方可按 ENTR 键输入确认值。

(4) 仪器面板的斜率 SLOPE 应显示在  $0.8 \sim 1.2$  之间, 否则应进行高压电源(HVPS)及微调旋钮 R19 的调节修正。

(上接第 32 页)

的硝酸和盐酸对铊的测定均无影响。考虑到硝酸溶解烟灰样品效果较好, 故选择硝酸, 酸度为 10%。

### 2.2 乙炔与空气流量的选择

通过不同乙炔流量和空气流量的匹配试验, 表明乙炔在  $1.2 \text{ L/min}$  和空气在  $6.5 \text{ L/min}$  时, 测定铊的吸光值最大, 故选择该匹配流量为测定所用乙炔和空气的流量。

### 2.3 共存元素的干扰

以  $4.0 \text{ mg/L}$  Tl 溶液进行测定, 结果表明:  $100 \text{ mg/L}$  的  $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$ ,  $50 \text{ mg/L}$  的  $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ ,  $10 \text{ mg/L}$  的  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ ,  $5 \text{ mg/L}$  的  $\text{Sn}^{2+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$  均无明显干扰。

### 2.4 检测限

对空白溶液连续测定 11 次, 得标准偏差 ( $\sigma$ ) 为  $0.036 \text{ mg/L}$ , 以  $3\sigma$  计算其检测限为  $0.11 \text{ mg/L}$ 。

### 2.5 精密度和加标回收率

取烟囱烟灰和回收金属后的废弃烟灰各 2 份, 进行 6 次平行测定和加标回收试验, 结果表明相对标准差在 3% 以下, 加标回收率在 92% ~ 103% 之间, 方法准确可靠, 且操作简便快捷。

[参考文献]

- [1] 天津冶金地质调查所, 南开大学. 甲基异丁酮萃取原子吸收分光光度法测定矿石中铊[A]. 冶金系统原子吸收光谱分析经验交流会资料汇编[C]. 北京: 冶金工业出版社, 1978. 55-57.
- [2] LELOUX M S, LICH N P, CLAUDE J R. Flame and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy Methods for Thallium—A Review [J]. Atomic Spectroscopy, 1987, 8(2): 71-73.

• 简讯 •

## 南通市环境监测中心站在《江海晚报》开设环保宣传专栏

自 2003 年 10 月 6 日起, 南通市环境监测中心站与《江海晚报》社约定, 每周在“环保与气象”专版开设一期环保知识宣传栏目。内容涉及空气、饮用水源水、地表水、声环境和楼盘等与百姓生活密切相关的环境质量问题评述以及一些环保知识的介绍。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2003 年第 10 期