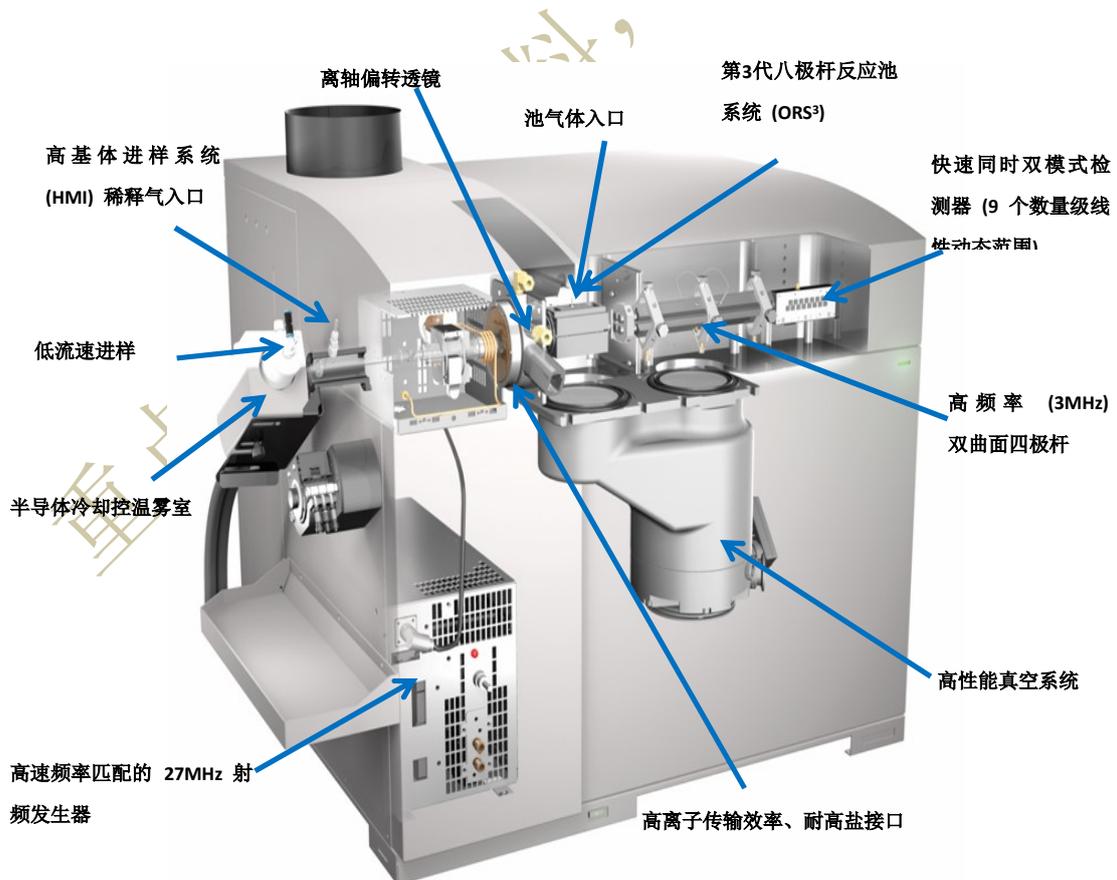


操作规程

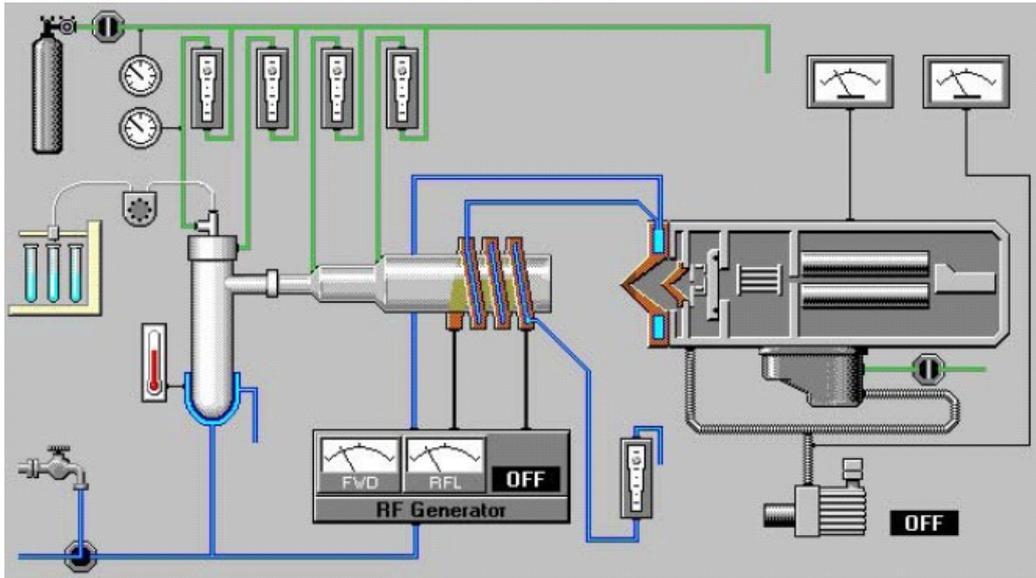
电感耦合等离子体质谱仪

Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometer

- 仪器型号：ICPMS7700
- 仪器厂商：Agilent
- 启用日期：2010.3
- 应用范围：可用于 洁净水、天然水、土壤、沉积物、矿物、食品、石油、化工产品等环境样品的金属元素和部分非金属元素的痕量分析，其检测限为 ppt 级，推荐检测范围：ppt~ppb



Agilent 7700 ICP-MS 系统详图



Agilent 7700 ICP-MS 工作流程示意

ICP-MS 的组成

ICP-MS 的主要组成包括进样系统、离子源、接口、离子透镜、八极杆碰撞反应池、四极杆滤质器、检测器及真空系统，附属设备包括循环冷却水系统、供气系统、通风系统等。

ICP-MS 的基本工作原理

样品通过进样系统被送进 ICP 源中，并在高温炬管中蒸发、离解、原子化和电离，绝大多数金属离子成为单价离子，这些离子高速通过双锥接口（取样锥和截取锥，1 级真空）进入质谱仪真空系统。离子通过接口后，在离子透镜（2 级真空）的电场作用下聚焦成离子束并进入四极杆离子分离系统（3 级真空）。离子进入四极杆质量分析器后，根据质量/电荷比的不同依次分开。最后由离子检测器进行检测，产生的信号经过放大后通过信号测定系统检出。

操作步骤

一、开机

1. 质谱仪主机日常为常开状态，保持真空，无需开关；
2. 开启通风，检查通风是否正常开启，要求稳定运行时的风速值为 50。
3. 开气：
 - 3.1 氩气

本仪器的工作气体为高纯氩，采用集中供气的方式，及集中钢瓶（224 房间）统一为一台 ICPMS 和两台 ICP 提供工作气体，因此在开关气的过程中请查看其他仪器的使用状态。

开气步骤：

- 3.1.1 打开气路控制面板的气阀（仅限阀 1 和阀 2，阀上有标签，切勿开错）。气路控制面板位于 224 房间进门左侧的墙上，阀 1 和阀 2 上贴有标签，阀下贴有提示信息。阀 1 阀 2 处于竖直位置时为关闭，逆时针转 90° 阀变为水平，阀 1 大头在左为开，阀 2 大头在右为开。
- 3.1.2 开启本机的气体控制阀（阀 5）。本机的气体控制阀位于仪器右侧的隔断上。阀 5 上贴有便签，右侧贴有提示信息。阀处于水平位置时为关闭，逆时针转 90° 阀变为水平，阀大头在上为开。阀 4 开启后，阀下表头读数在 60-70kg。

注意，所有的阀只能 90° 转，转动时先确认原始状态，再判断是否要转动，转动限 90°，不要多转，也不要转过。

3.2 氮气

氮气分压 0.08Mpa 左右，日常无需开关，保持不同

4. 开冷却水

打开循环冷却水主面板上的开关，打开自动进样器电源，安装蠕动泵管。

5. 开启电脑，电脑无密码。

二、ICP 点火前的准备工作

1. 样品的准备

样品要求和 ICP 相同为稀酸水溶液，固体样品应通过合适的方法转移至液相后进行分析。控制上机样品不含氢氟酸、有机物和颗粒物，总酸含量小于 2%，含盐量小于 0.1%。

为保证分析灵敏度，同时避免检测器污染样品中待测物的浓度应低于 100ppb。未知浓度样品应先稀释 1000 倍进行分析，视结果情况再酌情减少稀释倍数。或先申请 ICP 了解样品中各元素的含量规律，选择含量低于 100ppb 的元素在 ICPMS 上分析。

2. 标准样品、内标溶液的准备

标准样品：分析时请根据需要稀释成 0.1ppb 至 50ppb 范围内的标准溶液。由于低浓度标准溶液不容易保存，建议及时更新。在 ICPMS 上，建议只分析以下元素：As、Be、Bi、Cd、Cr、Co、Pb、Li、Se、V。在此之外的元素务必提前说明。（基本原则是上机分析的元素含量应小于 100ppb。）

内标溶液：如有需要请自行准备，但需在仪器申请表上注明内标元素名称含量，如有变化也请提前说明。

3. 空白溶液的准备

ICPMS 进样背景溶液的准备：1.5% HNO_3 ，0.5% HCl ，用电子级酸配在超纯水中。每次开机点火前请检查背景溶液是否充足。

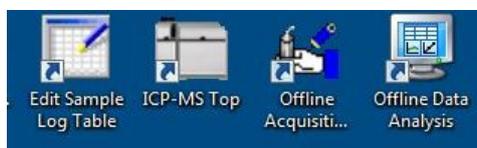
如分析元素比较特殊，则需更换背景溶液，具体请咨询实验室。

3. 清洗液的准备

自动进样器“1”号位的洗瓶内加入去离子水作为系统清洗液，每次更换，及时添加。

三、样品分析前的准备工作

1. 认识常用软件



上面四个为常用图标，功能依次为离线编辑序列、ICPMS 工作软件、离线编辑数据采集方法、离线数据分析。其中第二个为常用工作软件

2. 认识仪器状态

双击打开“ICP MS Top”软件，左上角四个图标  功能依次为仪器状态 (Instrument Control) 窗口、调谐窗口 (Tuning)、数据采集面板 (Data Acquisition)、数据分析面板 (Data Analysis)。

打开仪器状态面板界面，在窗口顶端中部显示仪器状态。仪器共有 3 个状态，分别为：

Analysis (Standard): 分析状态，调谐或样品分析。

Standby (Standard): 待机状态，真空开启，未点火。

Shutdown: 真空未开。

通常未点火前，打开工作软件仪器显示状态为 STANDBY。

3. purge 氦气管路

若长时间未用仪器，建议在点火前先 purge 氦气管路。具体操作如下：选择 Instrument Control 窗口 Maintainace 菜单、打开 Reaction Gas 对话框，在“open bypass valve”选项前打钩，设置 He 流量 5mL/min。根据停机时间的不同 purge 氦气管路，日常分析时 purge 10-15min 即可，长时间未使用仪器建议延长时间。

每天点火前需 purege 氩气管路，择 Instrument Control 窗口 Maintainace 菜单、打开 Sample Introduction 对话框，在“open Ar bypass valve”选项前打钩，Gas Select 选 Make up, Enable temp Control 选项打钩，Temperature 设为 2°C。Plasma Gas 15L/min, carrier Gas 1.0L/min, Aux Gas 1.0L/min, Purge 氩气管路 1-2min。

4. 管路安装

安装 ICPMS 主机蠕动泵上的进样、排水及内标液进样管，安装 ISIS 的进样管。

重要注意事项：蠕动泵管安装需注意安装方向，方向错误可导致仪器熄火，

甚至炬管爆裂。废液排放不顺畅可导致熄火及炬管烧裂。

四. 编制分析方法 (Method)

由于该款 ICPMS 为即开即用型, 为节省用气量, 可在点火之前进行分析序列及分析方法的编制工作。

1. 从 Methods 菜单中选择 Edit Entire Method 启动一系列对话框编辑方法参数。
2. 填写 Method Information 点击 OK 进入 Method Comments 点击 OK。在“Acquisition mode”中选择“Spectrum”, 点击 OK。

进入“Spectrum Acquisition Parameters”窗口, 点击“Periodic Table”, 左键选择元素(注意待测元素和内标元素都要选择), 右键取消选定的元素; 在“Peak Pattern”窗口中选择“TRA (1)”按钮; 检查右边窗口个元素的“Integration Time”, 一般为 0.1second, As、Sb、Cd 等不容易离子化的元素可以设为 0.3second。在 Repetition 中输入 3 次。所有信息输入完毕后点击 OK。

出现“Method Save Options”窗口, 在“Alert when Method is Overwritten”前打钩, 点击 OK。

在“Save Method As”的窗口选择保存路径输入方法名称。

五. 编制分析序列 (Sequence)

1. 从 ICPMS TOP 窗口的 Sequence 菜单中选择 Edit Sample Log Table。打开序列编辑表。
2. 序列信息包括 Method、Type、Vial、DataFile、Sample、Dil (稀释因子) 等。其中 Method 可双击打开 Select Method 对话框选择所需方法; 稀释因子为样品在做样前的稀释倍数, 本机不带自动稀释功能不能按照所填倍数进行稀释。
3. 标样和样品的信息编辑完成后, 可在序列前段及末尾各增加 3~5 个 blank 以清洗系统。若样品数量较多或基体复杂也可在序列中间插入质控样品以监控整个分析过程。
4. 序列编写完成后单击 OK 关闭序列编写窗口, 从 ICPMS 窗口的 Sequence 菜单中选择 Save 保存新建的序列, 不保存也可运行序列, 但保存序列可方便后续的

调用修改。

六. 点火

点火前，请准备好标样、样品、洗针液、背景溶液等。

点火前，请检查钢瓶气体、循环冷却水、通风是否已打开，管路是否都已安装好。

选择 Plasma 菜单，点击 Plasma On。仪器会先抽真空然后点火，火焰点着后可以在主机左上方的观测窗口观测到粉红色火焰。选择 Instrument Control 窗口 Meters 菜单在 S/C Temperature 选项前打钩，则可在桌面上观察到半导体制冷雾化器温度，当温度稳定在 2℃时可进行样品分析。在等待时间内可进行方法及样品序列的编辑。

重要注意事项：若点火失败，应和仪器负责老师联系，禁止多次连续点火。

七. 样品分析 (Analysis)

分析样品前，ICP 火焰及雾化器温度应达到稳定状态。选择 Instrument Control 窗口 Meters 菜单在 S/C Temperature 选项前打钩，则可在桌面上观察到半导体制冷雾化器温度，当温度稳定在 2℃时，可运行 sequence。

从 Sequence 菜单中选择 Load and Run，选择要运行的序列点击 OK，在 startsequence 窗口“Data Batch Directory”后选择数据 Batch 文件夹的保存位置并输入名称，注意末尾加“\”。点击 run sequence 按钮开始运行。此时窗口出现“ICPMS-Acquisition”窗口显示实时序列运行状态。

八. 仪器清洗

1. 样品分析完成后选择 Instrument Control 窗口，选择 Plasma 菜单，点击 Plasma Off 关炬（注意，一定不要关闭真空）。从 ALS 菜单中选择“Home”命令，将自动进样针归位。如不处理数据就可以关闭软件关闭电脑。松开蠕动泵进出水及内标管、ISIS 泵管。等仪器状态变成 standby 后，可关闭工作软件。

熄火后仪器状态变为 standby 后，过两分钟关闭冷却水，过两分钟关闭氩气（**注意时间间隔，重要**）。

2. 关闭氩气步骤:

2.1 关闭本机的气体控制阀（阀 5）。本机的气体控制阀位于仪器右侧的隔断上。阀 5 上贴有便签，右侧贴有提示信息。阀处于竖直位置时为开启，顺时针转 90° 阀变为水平，阀大头在右为关。

2.2 当所有使用 Ar 的仪器（2 台 ICP，1 台 ICPMS）都已停止工作时，关闭 224 房间气路控制面板的气阀（仅限阀 1 和阀 2，阀上有标签，切勿关错）。气路控制面板位于 224 房间进门左侧的墙上，阀 1 和阀 2 上贴有标签，阀下贴有提示信息。阀 1 阀 2 处于水平位置时为开启，顺时针转 90° 阀变为水平，阀 1 大头在上为关，阀 2 大头在下为关。

注意，所有的阀只能 90° 转，转动时先确认原始状态，再判断是否要转动，转动限 90°，不要多转，也不要转过。

3. 仪器台背面上的洗针废液每天结束试验都要倒掉，桌面废液桶到刻度也请倒到 224 房间 ICP 仪器下的废液桶中。

4. 根据需要关闭空调（夏季和雨季可保持一个空调开启）、通风、电灯等设备。

5. 在仪器使用记录本及样品测试登记本上记录实验内容及异常情况，并做好实验室卫生。

6 带走所有带来的物品，包括实验期间产生的废弃物以及剩余的样品。

九. 数据定量分析 (Data Analysis)

分析完成后，点击 ICPMS TOP Data Analysis 菜单或电脑桌面的 Offline Data Analysis 图标进入数据处理窗口。

1. 选择 File 菜单点击 Open Analysis File 命令打开数据 Batch 调出数据。

2. 点中样品编号序列窗口上端，点右键，选择“specify process order”窗口，将标准空白及标样前运行的样品移到标样后，点击 ok 然后 process 序列。

3. 选择 DA Method 点击 Edit 命令进入数据分析方法编辑器。

在页面左侧第一列 Method Development Tasks 中选择 set up basic information 中的 Data Analysis Method, 在第二列 Data Analysis 中 FullQuant Analysis 选项后打钩，点击向下箭头进入下一页面的分析物列表，点击 图标从已采集方法中调用元素列表并从“Analyte/ISTD” 列中选择相应的内标元素。

点击向下箭头进入下一页面的 FullQuant 界面。如需使用虚拟内标则在 Virtual ISTD Correction 选项下打钩。在定量分析表中进行定量分析信息编辑，给每个元素合适的浓度单位、level（浓度值）信息。如使用内标则给每个元素选择合适的内标。选则虚拟内标定量则在 ISTD 表中选择参与虚拟计算的内标元素。

3. 方法编辑完成后点击左侧第一列中点击 Validate 检查方法，如方法无误则点击“Return to Batch-at-a-Glance”返回数据 Batch 界面。点击菜单下方“Process Batch”快捷图标定量分析数据。

十、数据传输

1. 本电脑严禁使用各种移动设备包括优盘、闪盘，数据卡等拷贝数据。

2. 可使用数据上传系统传输数据，本电脑操作如下：

1) 关闭 ICPMS TOP 软件

2) 硬件设置：右键点 my computer，选 manager 按钮，列表中找 network adapters，右键将“USB to Ethernet adapter #3” Enable

3) 打开 my computer，在地址栏中输入 <ftp://10.10.146.15> 上传数据。（如果没有出现账号输入对话框，请点击菜单 file，选择 login as，然后输入账号密码，不要保存密码）

4) 上传数据后按照 2) 的步骤将 “USB to Ethernet adapter #3” disable（重要，否则影响联机，切记 disable 的时候不能选错网卡）

3. 数据下载

明净楼 218 门口壁挂一体机上点击桌面快捷方式“数据下载”，下载数据，然后通过邮件发送至个人邮箱。发送后请删除下载的文件。

4. 上传和下载的账户名：icpms，密码 222222

其它注意事项

5. ICPMS 用于痕量元素含量的测定，检测限和石墨炉接近略优于石墨炉，推荐分析浓度范围 100ppt~50ppb（此范围随元素不同会有差异）。高于此浓度或测试元素数量较少时请选用石墨炉原子吸收或电感偶和等离子体光谱仪进行样

品分析。

6. 样品在用 ICPMS 分析之前，除非明确浓度肯定低于 100ppb，则要求所有样品必须先用 ICP 分析，选择低于 100ppb 的元素用 ICPMS 分析。
7. 建议上机是先做工作曲线序列，样品根据不同元素含量分组，将低于 100ppb 元素一致的样品作为一个序列分析。
8. 考虑到开关机的成本，每次开机分析样品量应大于 50 个，如样品量不足可与其他同学一起使用。
9. 使用仪器采用先预约者先使用，要求在早上 9 点之前开机。预约在同一天同学请互相协调先后顺序。ICPMS 的对外开放时间为工作日工作时。
10. 非液体样品必须转移到水相才能进行分析，样品必须澄清不含有机物、氢氟酸及颗粒物，并注意控制样品含酸和含盐量。
11. 注意观察氩气压力，及时切换氩气钢瓶，否则会造成不必要的熄火。
12. 用纳米材料吸附处理的样品请与负责老师讨论样品预处理方法
13. 务必在开机之前准备好氩气、标准样品、空白背景溶液等分析必备品。
14. 关机后一定要关闭氩气总阀及分压阀以免漏气造成浪费。
15. 注意不要在仪器间稀释样品，测试完的样品不能倒在水斗中，离开实验室请及时带走样品及其它个人物品。每日分析完毕请在仪器使用记录本上登记，并及时将废液在实验室指定酸碱废液桶中，保持实验室整洁。