

# 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-AES)

## 一、基本原理

电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)主要用于液体试样(包括经化学处理能转变成的固体试样)中金属元素和部分非金属元素的定量分析。将样品溶液以气溶胶形式导入等离子体炬焰中,样品被蒸发和激发,发射出所含元素的特征波长的光。经分光系统分光后,其谱线强度由光电元件接受并转变为电信号而被记录。根据元素浓度与谱线强度的关系,测定样品中各相应元素的含量。

## 二、操作规程

### 1、样品的制备

- 1) 取适量样品粉末于烧杯中(使用 ICP 专用的容器,并按规定进行清洗)
- 2) 加入适量盐酸将样品粉末溶解至无颗粒(必要时可加热或使用王水进行溶解)
- 3) 加入适量超纯水稀释至无色
- 4) 将溶解好的样品倒入定量瓶中,并用超纯水定容
- 5) 将定容好的样品按适当比例稀释(0.1~100 ng/ml)
- 6) 样品制备完成并经管理员检查同意后,方可进行实验

### 2、分析前仪器准备(一)

- 1) 打开稳压电源,电源电压显示 220V,零地电压小于 3V
- 2) 打开冷却水箱,先开电源,再开水泵
- 3) 打开仪器控制面板,打开电源开关、仪器右下角高压电源开关后打开 RF 电源
- 4) 打开氩气阀门,气压控制在 0.5-0.6 MPa;打开通风

### 3、分析前仪器准备（二）

- 1) 观察废液桶废液情况
- 2) 安装好进样管，夹紧泵夹，开启泵，观察进样管是否进样，且废液管是否排液均匀
- 3) 观察雾室中是否有积液，观察炬管是否有水珠，中层高度是否与线圈底部是否保持一致
- 4) 一切就绪后，点火，查看状态栏，观察水、气压等是否正常

### 4、测试

#### 4.1 参数设置：

- 1) 建立或拷贝方法
- 2) 选择测定元素波长
- 3) 设定仪器参数及标准曲线浓度
- 4) 进行波长初始化

#### 4.2 谱图扫描：

- 1) 连续扫描两遍低标准溶液（一般为设定的第二个），扫描一遍高标准溶液（最高的）
- 2) 定峰位，再进行一次样品扫描
- 3) 扣背景，并根据峰情况调整负高压大小，完成后点击“确定条件”

#### 4.3 溶液测定：

- 1) 点击“测试”、“样品”，加入一定数量样品。
- 2) 然后由低到高开始测量标准溶液，形成标准曲线，查看曲线是否线性（其线性值  $R > 0.999$ ）。
- 3) 清洗后，将进液管放入样品溶液进行测定
- 4) 打印报告或 Excel 导出

### 5、关机

- 1) 液样分析完后，进样管用超纯水和稀盐酸（1:1）冲洗 5min 后，点击熄火按钮，确定熄火
- 2) 熄火后，关闭控制面板上开关，注：先关 RF 电源，再关电源
- 3) 关闭仪器电源，关闭电风扇，拔除通风管，关气
- 4) 松开蠕动泵夹，放松蠕动泵管

- 5) 冷却水最后关闭, 注意需冷却 10 分钟以上, 先关水泵, 再关电源
- 6) 最后在排气管上方罩上防尘罩

## 三、注意事项

### 1、测试样品及盛放玻璃仪器

- 测试样品必须经过稀释, 浓度不宜过高
- 测试样品需清澈无固体颗粒
- 测试样品中不得含有机物或 F<sup>-</sup> (即使为微量有机物也会对仪器造成损害)
- 所用玻璃仪器必须是 ICP-AES 规定所用, 使用前需在酸桶中浸泡 8h 以上, 再用超纯水冲洗 3 遍烘干后才可使用

### 2、标准溶液配制

- 标准溶液配制的浓度需将待测浓度包含在内, 并且需加入 10%盐酸或硝酸, 更换周期一般为 3 日, 具体可根据标准曲线进行更换判定; 标准溶液进行移取时, 需采用大肚移液管。

### 3、点火前准备

- 仪器电源: 稳定 220V 交流, 高压部分电流  $\geq 40A$ ; 实验用水: 超纯水; 实验用气: 氩气, 纯度  $\geq 99.99\%$ 。
- 地线要求: 稳压电源“零地电压”  $\leq 3V$ 。
- 打开软件, 观察软件右下方仪器状态是否显示“气压、水压正常”
- 打开软件, 点击蠕动泵, 观察进排液是否通畅, 方向是否正确。
- 观察雾室是否积液, 炬管是否有水珠、安装位置是否正确。
- 观察冷却气、辅助气和载气连接是否正常, 观察排液桶可用容量大小。

### 4、点火后

- 点火后 10-15min 后开始测试
- 仪器参数设置、标准溶液选择及浓度-百分含量换算是否正确
- 打开软件, 观察软件右下方
- 波长初始化位置是否正确, 定峰位和扣背景是否正确仪器参数设置、标准溶液选择及浓度-百分含量换算是否正确
- 测试时, 测试波长“扣背景”是否检查, 标准曲线 R 值是否满足要求。
- 样品中含有大量盐酸, 测试时应佩戴口罩且保持通风扇工作。

## 四、日常维护

### 1、仪器室环境的维护

非仪器工作期间，有专门人员定期擦拭仪器，维护仪器清洁。使用后，将废液桶倒空清理干净，用抹布擦拭溅出的液滴，防止腐蚀仪器面板。

仪器的使用环境维护要求：

- (1) 温度稳定且防尘，温度为  $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- (2) 配备空调机、温湿度计，湿度需小于 60%
- (3) 仪器室与前处理室隔离，并保持仪器室清洁卫生
- (4) 仪器室不能有酸、碱及其它腐蚀性气体、蒸气或烟雾以防侵蚀仪器
- (5) 仪器及仪器室排风良好

### 2、进样系统维护

对进样系统的维护可以从以下几个方面进行：

- (1) 定期更换蠕动泵管，更换周期一般为三个月，具体根据管弹性及管内颗粒情况定。
- (2) 为了保证分析能力，必须保持炬管、雾化器及雾室清洁，应经常检查和清洗炬管。一般的方法是用稀硝酸（1: 1 体积比）浸泡 1h~2h，然后用水冲洗干净，晾干。如果任有沉积物可以用热的稀王水（1: 1 体积比）浸泡后，用水冲洗干净，晾干。清洗周期为三天一次。
- (3) 其他液管堵塞后及时更换，气管漏气及时更换气管或接头。

### 3、水箱维护

智能循环水箱所用的离子水可以根据水的颜色和浑浊度来判断是否需要更换，如果水的颜色变化或浑浊需要立即更换。更换周期为三个月至半年更换一次。

### 4、软件维护

如果数据量大的话，可以方法文件备份起来，然后删除工作站的方法文件。另外，养成习惯记录重要参数，以便优化仪器时节省时间。

## 五、异常情况应对

### 1. 仪器点火失败

立即关闭高压电源及 RF 电源，并与管理员联系。

### 2. 点火导致跳闸

立即关闭高压电源及 RF 电源，并调整点火处探头，若仍无法解决，暂停实验并与管理员联系。

### 3. 进样不均匀

关闭蠕动泵，重新安装进样管，有时需更换新的进样管。

### 4、进样时导致熄火

样品的浓度过高（不宜超过 100ng/ml）应立即停止实验，并联系管理员

### 5、进样时火焰突然增大或不稳定

检查样品中是否含有有机物

### 6、软管及玻璃管损坏

样品中含 F 会导致软管和玻璃管损坏，联系管理员通知厂家更换。

## 六、仪器故障实例

- 因测试样品的浓度过高引起点火失败
- 点火处探针脱落导致点火失败并跳闸
- 测试结束后进样管未与蠕动泵分离导致软管形变
- 因测试样品中含有过量有机物导致进样时火焰突然增大或火焰不稳定
- 因样品含氟导致玻璃管腐蚀，需联系厂家购置专用的耐氟管
- 样品中含氟或有机物会导致测试谱线偏移和仪器的损坏，原则上避免使用
- 湿度高于 70%出现无法点火

## 七、维修日志

2019.10 更换进样软管

## 八、联系方式

仪器厂家：钢研纳克 王工：18600879540