

目 录

第一章 概述	3
1.1 原子发射光谱分析基本原理.....	3
1.2 主要用途和适用范围.....	4
1.3 产品特点.....	4
1.4 仪器组成及工作原理.....	5
1.5 型号组成及代表意义.....	6
1.6 执行标准.....	7
第二章 结构特征与工作原理	8
2.1 总体结构与工作原理、工作特性.....	8
2.2 关键零部件采用及工作单元、作用.....	8
2.3 辅助装置的功能与工作特性.....	8
第三章 技术特性	9
3.1 产品功能.....	9
3.2 主要参数.....	9
第四章 尺寸、重量	11
第五章 仪器使用操作调整说明	11
5.1 开机前准备.....	11
5.2 开机.....	11
5.3 软件安装和运行.....	11
5.4 创建方法.....	12
5.5 分析前的仪器优化.....	19
5.6 分析.....	24
5.7 结果打印与数据导出.....	24
5.8 其他功能.....	24
5.9 关机.....	33
5.10 图标含义.....	33
第六章 运输与储存	41
第七章 开箱及检查	41
第八章 安装调试	41
8.1 安装图与电源接线图.....	41
8.2 安装的条件.....	42
8.3 安装注意事项.....	44
8.4 验收.....	45
第九章 故障的诊断、分析与排除方法	46
9.1 等离子体点不着火诊断、分析与排除方法.....	46
9.2 测试数据异常诊断、分析与排除方法.....	46
9.3 电子管灯丝不亮诊断、分析与排除方法.....	46
9.4 高压开按钮合不上, 出现过压保护即跳闸诊断、分析与排除方法.....	46
9.5 有阳流而没有栅流诊断、分析与排除方法.....	47
9.6 实验器皿的洗涤与存放.....	47
第十章 保养与维护方法	48
10.1 实验室环境的维护.....	48

10.2 进样系统维护.....	48
10.3 RF 系统维护.....	48
10.4 辅助系统的维护.....	49
10.5 软件系统的维护.....	49
10.6 地线的维护.....	49
第十一章 配件清单.....	50
第十一章 其他.....	51

第一章 概述

1.1 原子发射光谱分析的基本原理

1.1.1 定性分析原理

量子力学基本理论是：原子或离子可以处于不连续的能量状态，该状态可以用光谱项来描述；当处于基态的气态原子或离子吸收了一定的外界能量时，其核外电子就从一种能量状态（基态）跃迁到另一能量状态（激发态）；处于激发态的原子或离子很不稳定，经过约 10^{-8} 秒便跃迁返回到基态，并将激发所吸收的能量以一定的电磁波辐射出来；将这些电磁波按一定的波长顺序排列即为原子光谱（线状光谱）；由于原子或离子的能级很多并且不同元素的结构是不同的，因此，对特定元素的原子或离子可以产生一系列不同波长的特征光谱，通过识别这些特征光谱就可以区分元素。根据量子力学基本理论我们可以进行定性分析。

谱线波长与能量的关系如下：

$$\lambda = \frac{hc}{E_2 - E_1}$$

式中：E₂、E₁ 分别为高能级与低能级的能量；

λ 为波长；

h 为 Planck 常数 (6.6262×10^{-34} J·S)；

c 为光速。

1.1.2 定量分析原理

一个原子、离子或分子当它是处于相关跃迁能级的粒子时，它很容易吸收与其能级相对应的光量子跃迁至较高能级。从光源中部所产生的辐射，当通过其外围时有可能被同类基态原子吸收，这一现象一旦出现则称为自吸收。

在一个热光源中，被吸收的光量子仅有很小一部分的几率以荧光形式进行再辐射，由于第二类碰撞使激发能转化为粒子动能或振动能，因此，自吸收过程使光谱线的强度减弱且破坏了在等离子区中辐射强度与粒子浓度间的关系。

在光谱分析时，常引入一个经验常数，即自吸收系数来描述光谱定量关系式：

$$I = A \times C^b$$

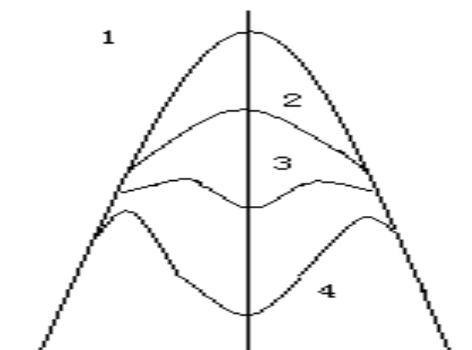
式中：I 为光谱线强度；

C 为被测元素的浓度；

A 是与蒸发、激发过程及试样组成有关的参数；

b 为经验常数即自吸收系数 ($b \leq 1$)。

当样品浓度比较小时, b 自吸系数约等于 1, 此时, 光谱强度与元素浓度成线性关系。当样品浓度比较大时, b 自吸系数将不等于 1, 约为 0.8 左右, 光谱强度与元素浓度成指数关系。



1—无自吸；2—有自吸；
3—自蚀；4—严重自蚀；

图 1 光谱线的自吸与自蚀

1.2 主要用途和适用范围

Plasma1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪是用于测定样品中元素含量的高新技术产品, 具有稳定性好、检测限低、快速分析、运行成本低、方便维护、抗干扰能力强等特点。由于 ICP 光源拥有无可比拟的优点, 可用于地质、冶金、环境、医药卫生、生物、海洋、石油、化工新型材料、核工业、农业、食品、商检、水质等各领域及学科样品分析。

1.3 产品特点

Plasma1000 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪简称 ICP-AES, 是我公司最新推出的单道顺序扫描光谱仪, 作为一种大型精密无机分析仪器, 它具有以下特点:

- | | |
|-----------------------|--|
| (1) 拥有多项专利技术: | 保证仪器国内领先. |
| (2) 自动匹配调谐: | 国内首创. |
| (3) 优良的光学系统, 先进的控制系统: | 保证定位准确, 信背比优良, $1 \mu\text{g/mL Pb}$ 溶液信背比可达 5 倍以上. |
| (4) 采用进口的关键部件: | 确保仪器的精确度和灵敏度. |
| (5) 极小的基体效应: | 99% 的试样不用分离基体. |
| (6) 测量范围宽: | 超微量到常量的分析, 动态线性范围 5—6 个数量级. |
| (7) 良好的测量精度: | 相对标准偏差 $\text{RSD} \leq 1\%$ ($5 \mu\text{g/mL}$). |

- (8) 分析速度快: 每分钟元素顺序扫描达 18 个以上.
- (9) 分析元素之多: 可分析 70 多种金属元素和部分非金属元素.
- (10) 检出限低: 大多数元素的检出限可达 $\mu\text{g/L}$ 级.
- (11) 功能强大界面友好的分析软件: 友好的人机界面, 可在测定过程中, 进行数据处理, 方法编制和结果分析, 是真正的多任务工作软件; 强大的数据处理功能, 提供多种方法功能, 如内标校正、IECS 和 QC 监测功能; 可获得最佳的背景扣除点以消除干扰; 对输出数据可随机打印, 也可自动生成 Excel 格式的结果报告.

1.4 仪器组成及工作原理

Plasma 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-AES) 系统由光谱仪主机和一套 PC 机组成。整个仪器可以分为进样系统、高频发生系统、分光系统、检测控制与数据处理系统。

其工作原理是: 待测试样经喷雾器形成气溶胶进入石英炬管等离子体中心通道, 经光源激发以后所辐射的光, 经入射狭缝到色散系统光栅, 分光后的待测元素特征谱线光强, 通过计算由步进电机转动光栅传动机构, 准确定位于出口狭缝处, 光电倍增管将该谱线光强转变为光电流, 再经电路处理, 由计算机进行数据处理来确定元素的含量。具体可以参考下图 2, 模拟整个检测流程。

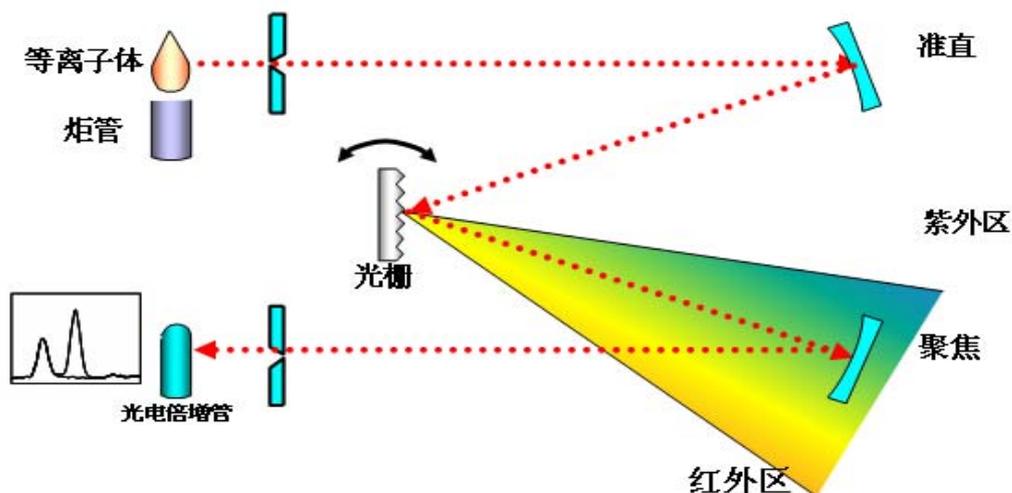


图 2 ICP-AES 工作原理图

1.5 型号组成及代表意义

北京纳克分析仪器有限公司 Plasma1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪名称由“Plasma”、表示光路焦距的数字和表示改进（无影响产品性能的较大改变）的英文字母组成；若仪器无改进，名称由“Plasma”和表示光路焦距的数字组成，示意如下图 3：

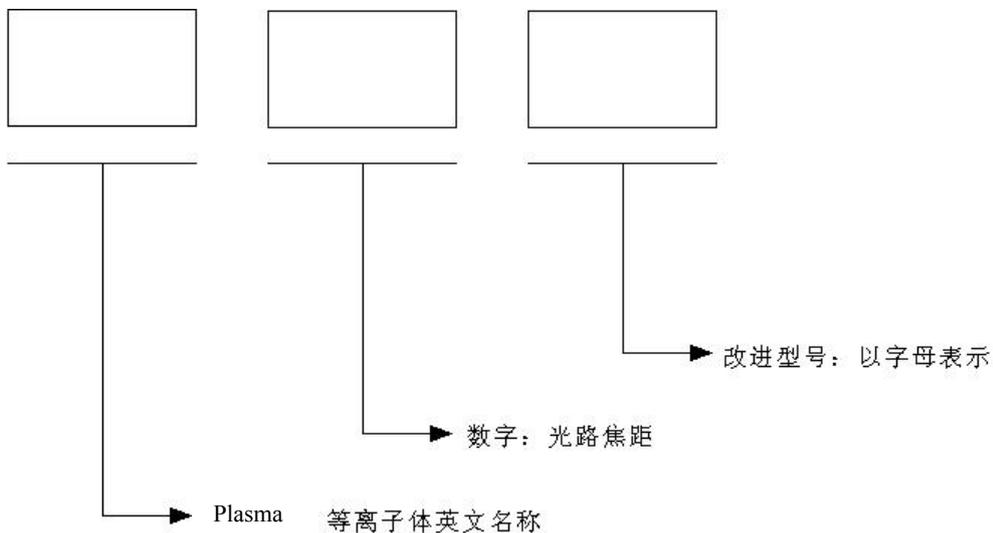


图 3 仪器命名示意图

例如：电感耦合等离子体原子发射光谱仪 Plasma1000

此型号含义为：光路焦距为 1000mm 的电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪 Plasma1000A

此型号含义为：光路焦距为 1000mm 的电感耦合等离子体原子发射光谱仪改进 A 型（无影响产品性能的较大改变）。

1.6 执行标准

出厂检验执行企业标准 Q/HDNKY005-2009 和国家检定规程 JJG768-2005 标准。

第二章 结构特征与工作原理

2.1 总体结构与工作原理、工作特性

Plasma 电感耦合等离子体原子发射光谱仪系统由光谱仪主机和一套 PC 机组成。整个系统可以分为进样系统、高频发生系统、分光系统、检测控制与数据处理系统。系统的结构示意图如图 4 所示：

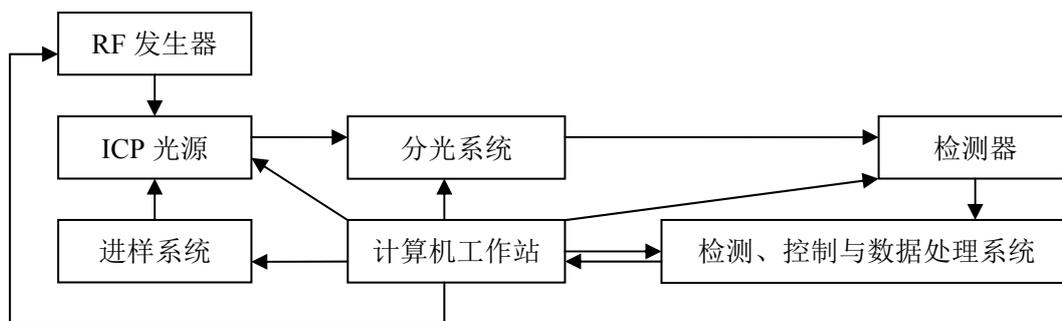


图 4 Plasma 电感耦合等离子体原子发射光谱仪结构示意图

2.2 关键部件及工作单元、作用

仪器的主要部件有：电源箱、高频箱、匹配箱、涡轮传动系统、光室单色器装置和检测装置。

各部分的功用是：

- (1) 电源箱提供仪器所需的各种电源；
- (2) 高频箱产生高频；
- (3) 匹配箱进行匹配调谐；
- (4) 光室单色器装置将光源分成单色光；
- (5) 涡轮传动系统准确定位峰位置，并引导到检测器上；
- (6) 检测装置是光电倍增管将该谱线光强转变为光电流，再经电路处理，由计算机进行数据处理来确定元素的含量。

2.3 辅助装置的功能与工作特性

智能温控冷却循环水箱是重要的辅助装置，它冷却工作线圈和电子管。它主要由水箱、水泵和温控装置组成，工作的特点是使工作线圈和电子管在设定的温度下工作。

第三章 技术特性

3.1 产品功能

本产品准确度指标为 A 级。本仪器适用的波长范围是 190nm—500nm，本仪器分析速度快，每分钟元素顺序扫描最快达 18 个以上；精密度高，溶液相对标准偏差 $RSD \leq 1.5\%$ ；稳定性好， $5 \mu\text{g/mL}$ 溶液相对标准偏差 $RSD \leq 2.0\%$ ；检出限低，可以达到 $\mu\text{g/L}$ 级。

元素	波长 nm	检出限 $\mu\text{g/L}$									
Be	313.042	<1.0	Lu	261.542	<1.0	Fe	239.562	<3.0	Zr	343.823	<5.0
Mg	279.553	<1.0	La	333.749	<3.0	Ti	344.941	<3.0	Mo	202.030	<5.0
Ca	393.366	<1.0	Gd	342.247	<3.0	Cu	324.754	<3.0	Ag	328.068	<5.0
Sr	407.771	<1.0	Dy	353.170	<3.0	Mn	257.610	<3.0	Au	242.795	<5.0
Ba	455.403	<1.0	Ho	345.600	<3.0	V	309.311	<3.0	Si	251.611	<5.0
Sc	335.373	<1.0	Er	337.271	<3.0	B	249.773	<5.0	Al	396.152	<10.0
Y	371.030	<1.0	Tm	313.126	<3.0	Ni	221.647	<5.0	Ir	224.268	<10.0
Eu	381.967	<1.0	Zn	213.856	<3.0	Cr	205.552	<5.0	P	213.618	<10.0
Yb	369.419	<1.0	Cd	226.502	<3.0	Co	238.204	<5.0	Hg	194.227	<10.0

表 1 部分元素检出限

3.2 主要参数

分光系统

光路形式：C-T 型

光栅凹面半径：平面光栅

光栅类型：离子刻蚀全息（holographic）

光栅尺寸：80mm×110mm

刻划面积：78mm×108mm

刻线密度：3600g/mm

光室恒温： $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$

分辨率：不大于 0.008nm

出射、入射狭缝宽度：20 μm

光室冲氩或氮（流量可调）

步进电机最小驱动步距：0.0004nm

高频发生器

震荡频率：40.68MHz

震荡类型：自激式

功率稳定度：0.1%（长期 25 $^\circ\text{C}$ 典型值）

自动匹配调谐

工作线圈：3 圈空心铜管外套聚四氟乙烯管

进样系统

进样方式：蠕动泵进样 配有多种雾室（旋流雾室、双筒雾室和耐氢氟酸雾室）；

雾化器：同心雾化器；

观测方式：垂直观测，观测高度可调。

第四章 尺寸、重量

仪器外形及安装尺寸为 1550 mm×759 mm×1239 mm（长×宽×高），重量 240 kg。

第五章 仪器使用说明

5.1 开机前准备

- 1) 检查炬管安装正确与否，有无积液；
- 2) 确认门开关是否锁紧；
- 3) 检查进排样管路安装是否正确；

5.2 开机

5.2.1 冷开机（从仪器关闭状态开机）

- 1) 开计算机、显示器和打印机，进入操作系统。
- 2) 打开氩气，调节分压使分压为 0.4-0.6MPa，要求氩气纯度为 99.996%。
- 3) 打开循环水，设置温度为 20 度。
- 4) 开启排风系统。
- 5) 打开仪器背面左下总电源开关，预热仪器，使光室恒温到 35 度。
- 6) 打开仪器控制面板电源开关，打开 RF 电源开关，预热电子管灯丝 5min。
- 7) 在软件中点击  按钮，点火。

5.2.2 热开机（总电源开关是打开的）

- 1) 开计算机、显示器和打印机，进入操作系统。
- 2) 打开氩气，调节分压使分压为 0.4-0.6MPa，要求氩气纯度为 99.996%。
- 3) 打开循环水。（使用过程中，观察冷却水温度，要求在 25 度以下。）
- 4) 开启排风系统。
- 5) 打开仪器控制面板电源开关，打开 RF 电源开关，预热电子管灯丝 5min。
- 6) 在软件中点击  按钮，点火。

5.3 软件安装和运行

5.3.1 软件安装

软件安装环境是 **windows XP 或者 win7** 操作系统，预装 office 办公软件。
安装的方法是：将光盘放入电脑光驱，点击 setup 安装软件。安装过程可以指定

路径，安装完成后点击确定即可。然后，退出光盘。

5.3.2 软件运行

在桌面点击 Plasma1000 软件快捷方式，进入软件操作界面。它从结构上分为主界面、功能区、快捷键区和状态显示区。如下图 5 所示。



图 5 软件初始界面

5.4 创建方法

5.4.1 创建新方法

1) 在软件界面，点击文件 (F)，选择新建方法按钮。或者点击快捷

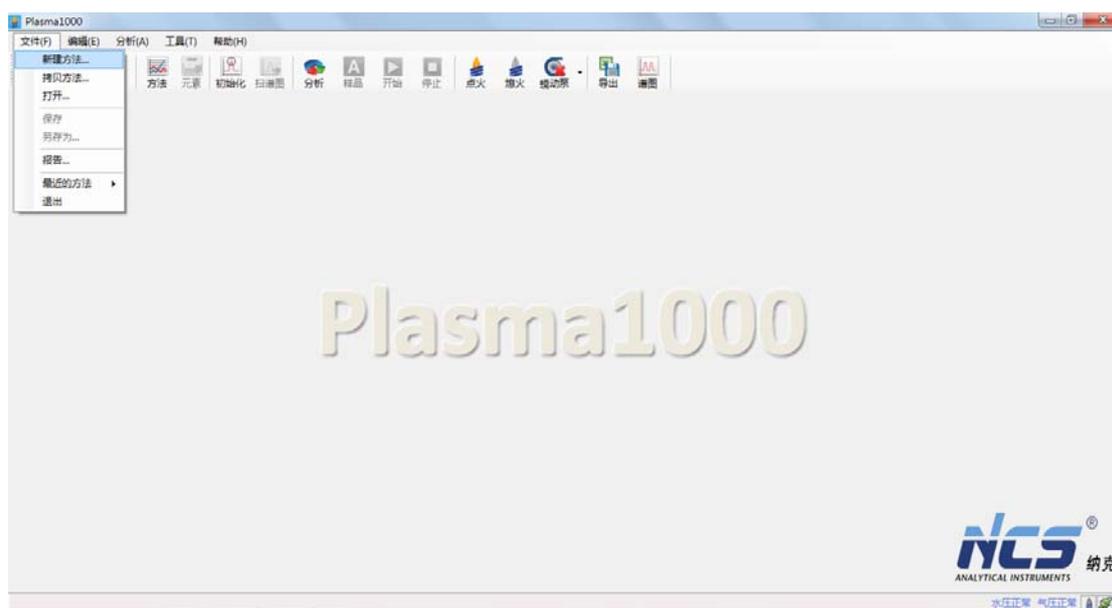


图 6 新建方法

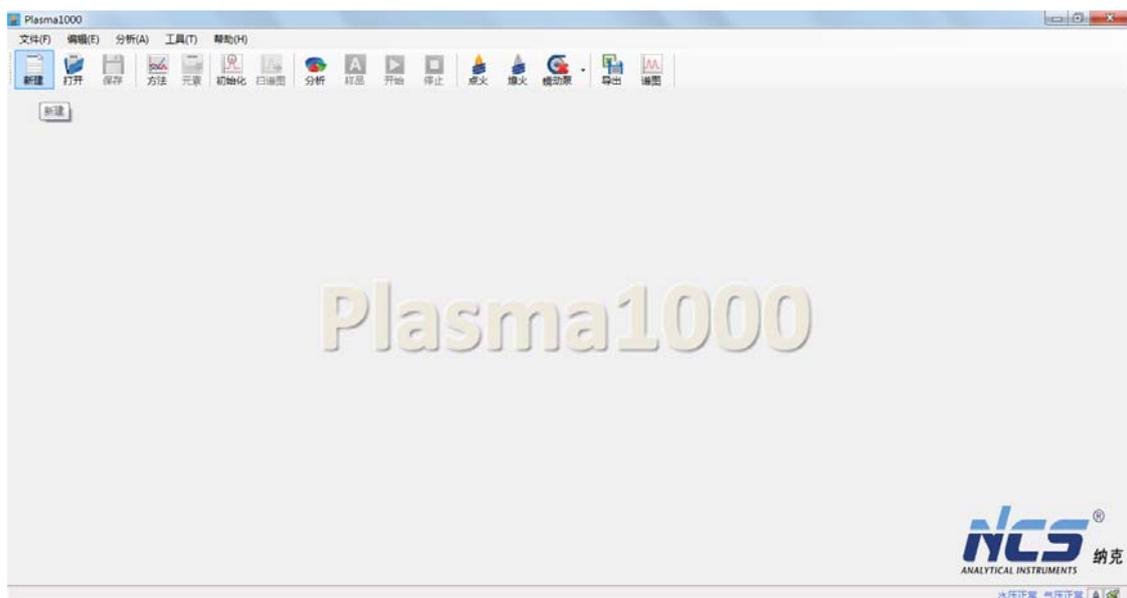


图 7 快捷键新建方法

2) 点击**新建方法**按钮后，弹出保存方法对话框，输入方法名称后，保存到**方法**文件夹。如图 8 所示

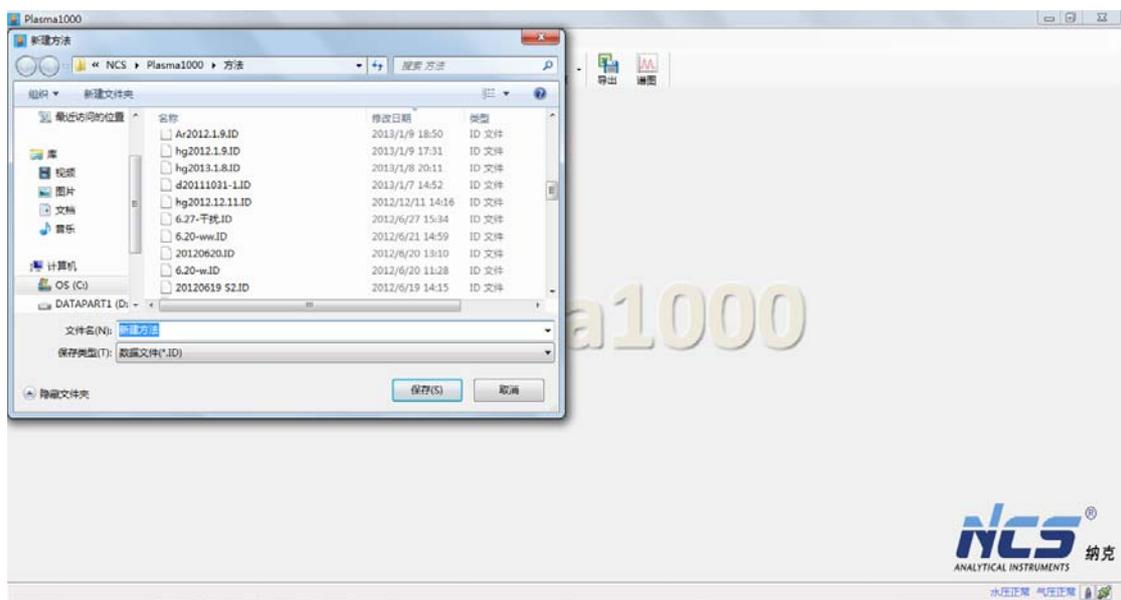


图 8 保存方法

3) 保存方法后进入下面的界面（如图 9），在这个界面编辑方法。首先，点击**编辑 (E)** 选择**元素周期表**或者选择快捷键 ，弹出对话框如图 10 所示。在这里，我们可以选择要分析的元素和谱线（包括内标和干扰元素）。同时也可以看到选定谱线的干扰情况。

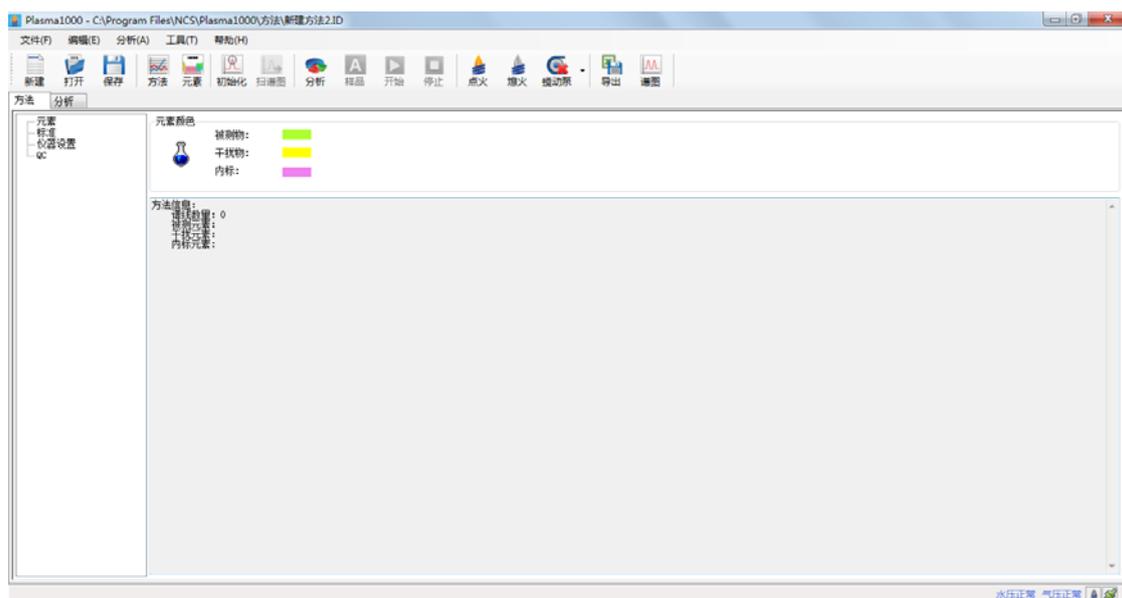


图 9 方法界面

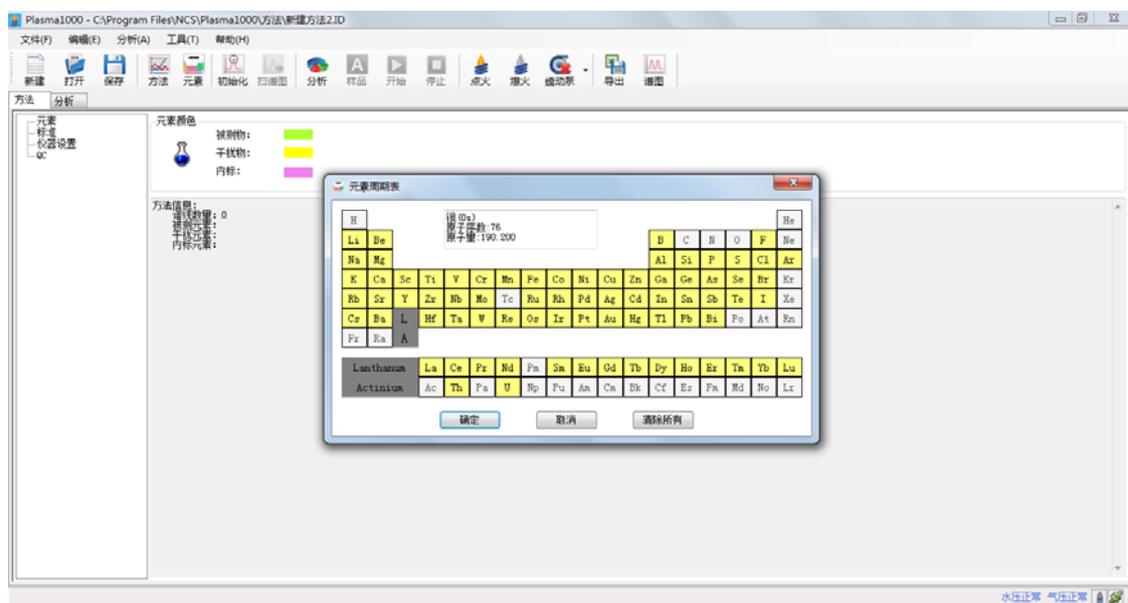


图 10 选择元素

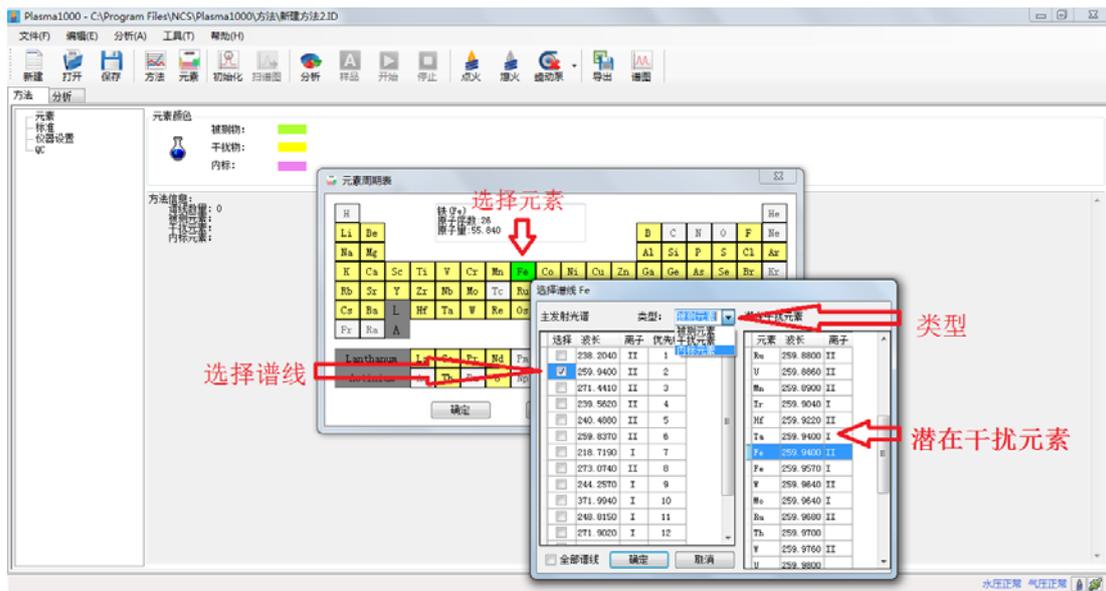


图 11 谱线的选择

4) 元素和谱线选定后，在方法界面中选择元素选项，可以看到您要测量的元素和各条谱线。点击各元素谱线，可以在元素条件界面设定每条谱线的参数(扫描间距、积分时间和负高压)，如图 12 所示。

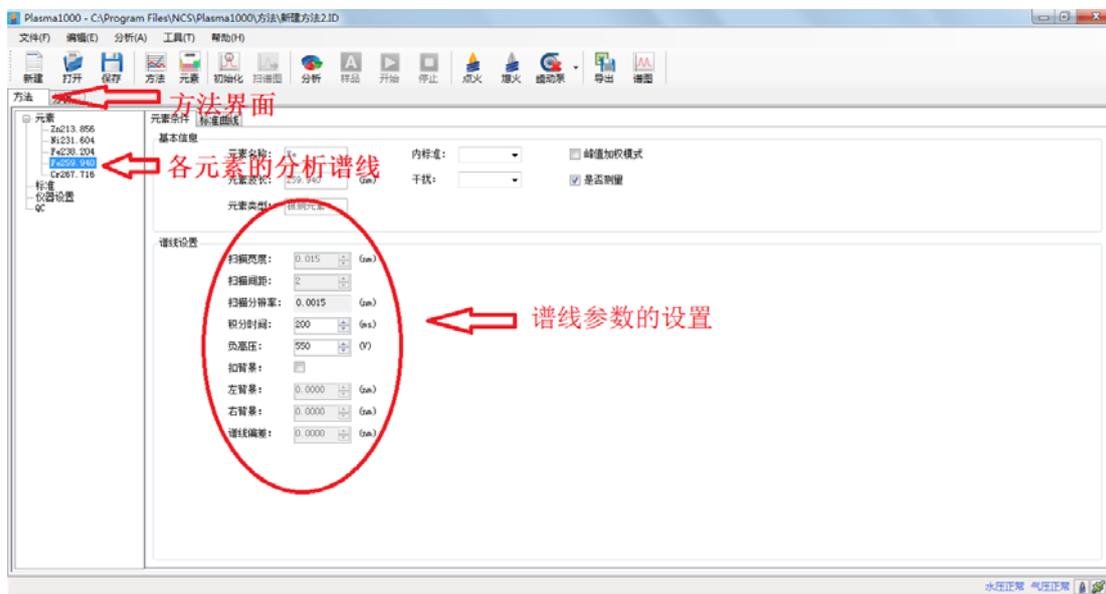


图 12 各谱线参数的设定

5) 各元素参数设定完成后，点击标准，进入标准界面，在这个界面我们可以输入标准系列的浓度，可以设定标准的浓度单位。如图 13 所示。

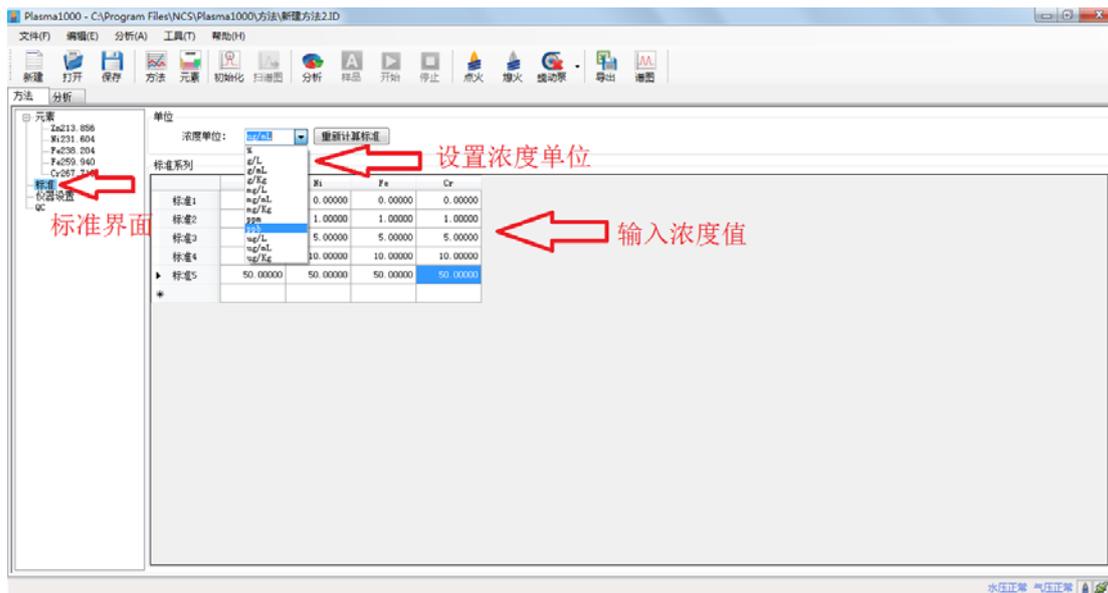


图 13 设置标准

6) 进入**仪器设置**界面，设置仪器操作条件包括样品导入条件的设置和等离子体条件的设置。样品导入设置包括：进样泵速、进样延时、清洗泵速和清洗时间。等离子体条件（共通条件）的设置包括：等离子体气体流量、辅助气流量、雾化气压力、功率和样品扫描次数。如图 14 所示。

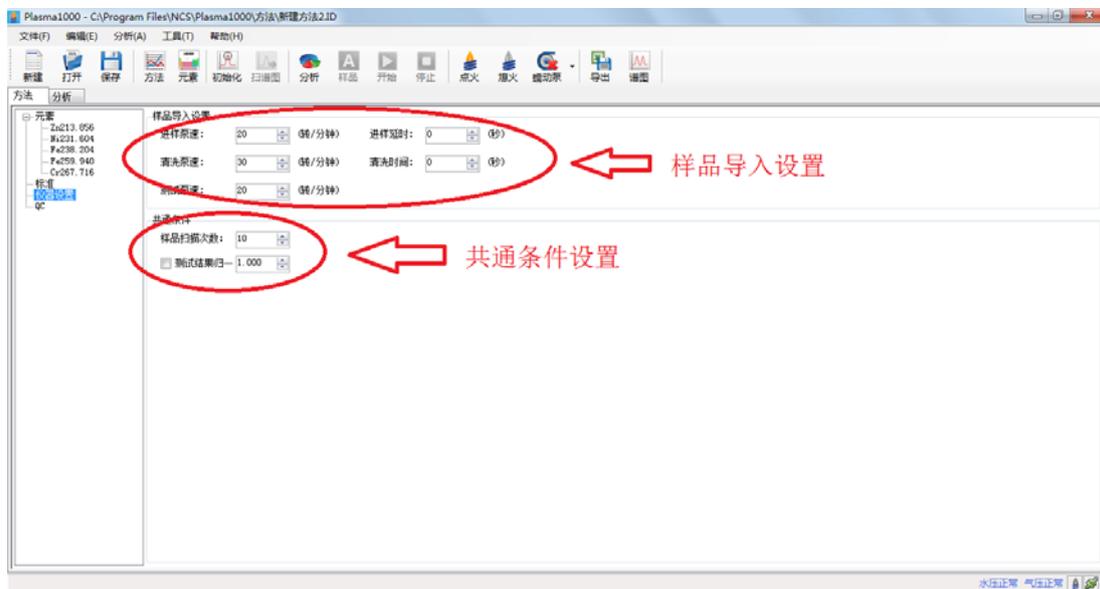


图 14 仪器条件的设置

7) **QC** 设置。主要包括两个方面，首先，自动校正曲线，其次加入 QC 样品的校正。主要作用是人为或计算机自动判断仪器状态，来决定是否重新标准化。这一项可以设定也可以不设定（此项非必选项）。如图 15 所示。

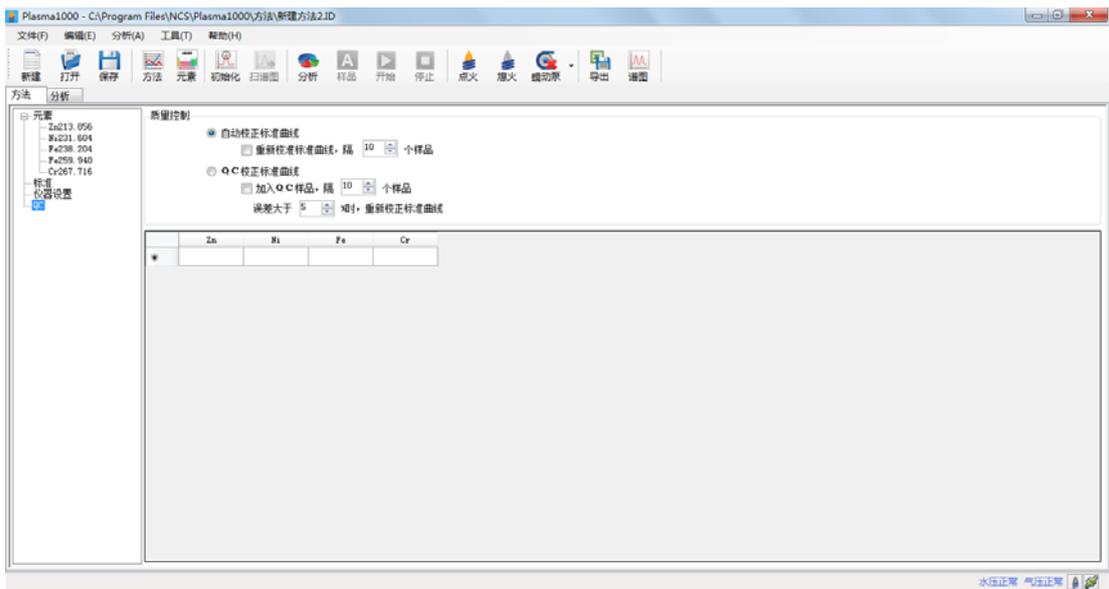


图 15 QC 的设定

8) 进入**分析**界面。分析界面的三菜单：**样品列表**、**测试结果**和**详细数据**。我们在**样品列表**中编辑要测量的样品及数量，也可以直接添加多个样品或者通过快捷键 **A** 添加样品。如图 16 所示。



图 16 分析界面和添加样品数量

9) 样品添加完成后，界面如下图 17 所示。在这个界面我们能够看到标准系列、样品列表、样品类型设置、空白扣除和报告打印的选择。设定完成后，保存方法。

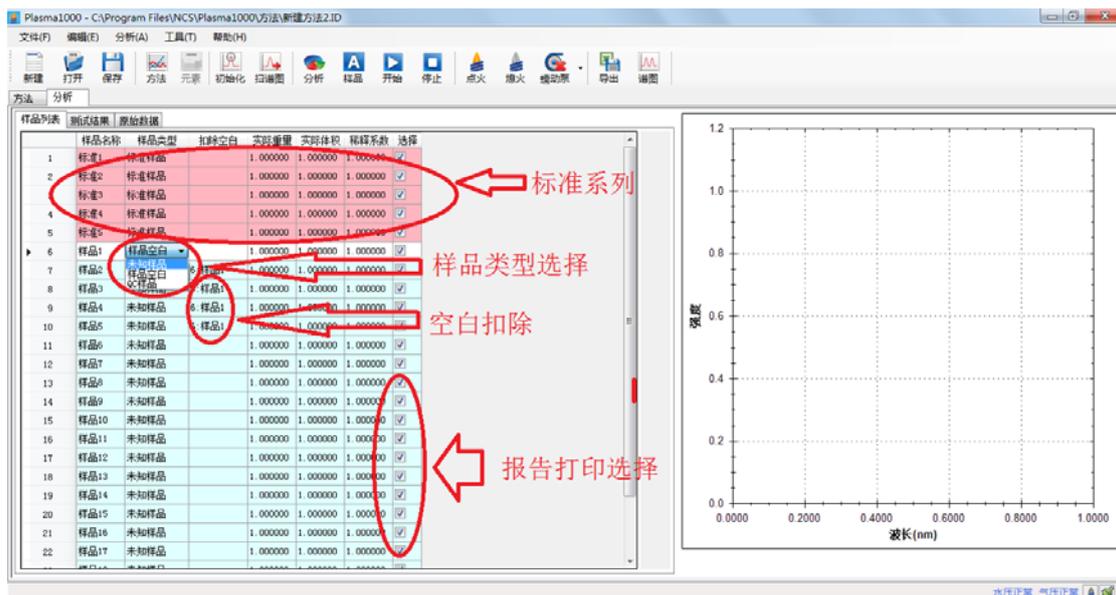


图 17 样品列表

5.4.2 拷贝方法

建立新的方法也可以从已有方法进行拷贝，然后另保存为新的名称。点击文件(F)，弹出下拉菜单，选择拷贝方法(如图 18)，然后弹出对话框，就可以选择你要拷贝的方法模板(如图 19)了。选择完打开后输入你要保存的方法名称即可。此方法包含原方法的元素、仪器条件和各元素的设定条件等。

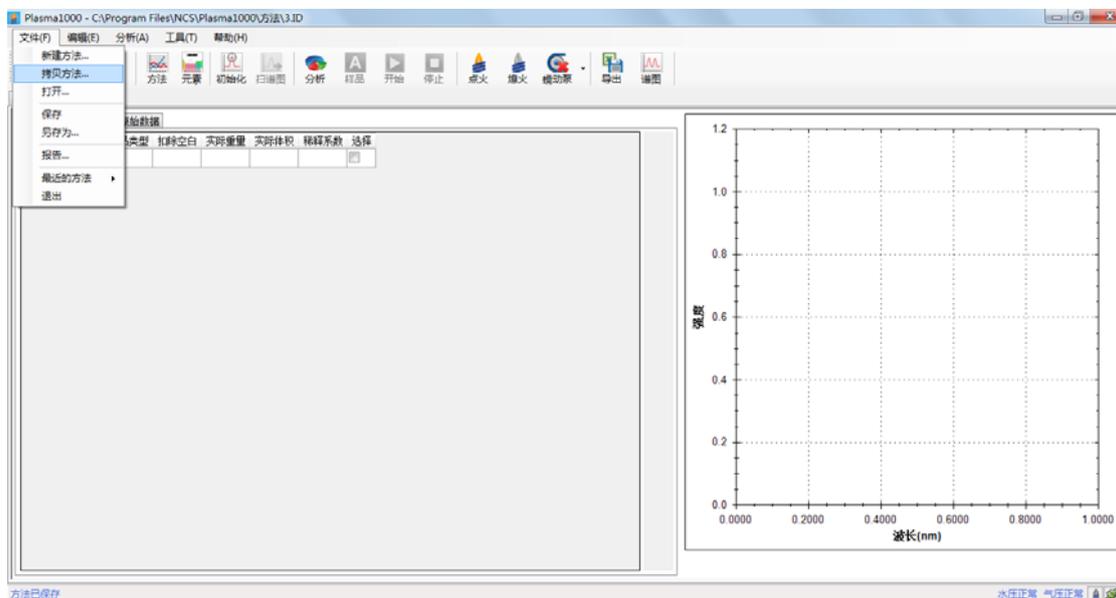


图 18 拷贝方法

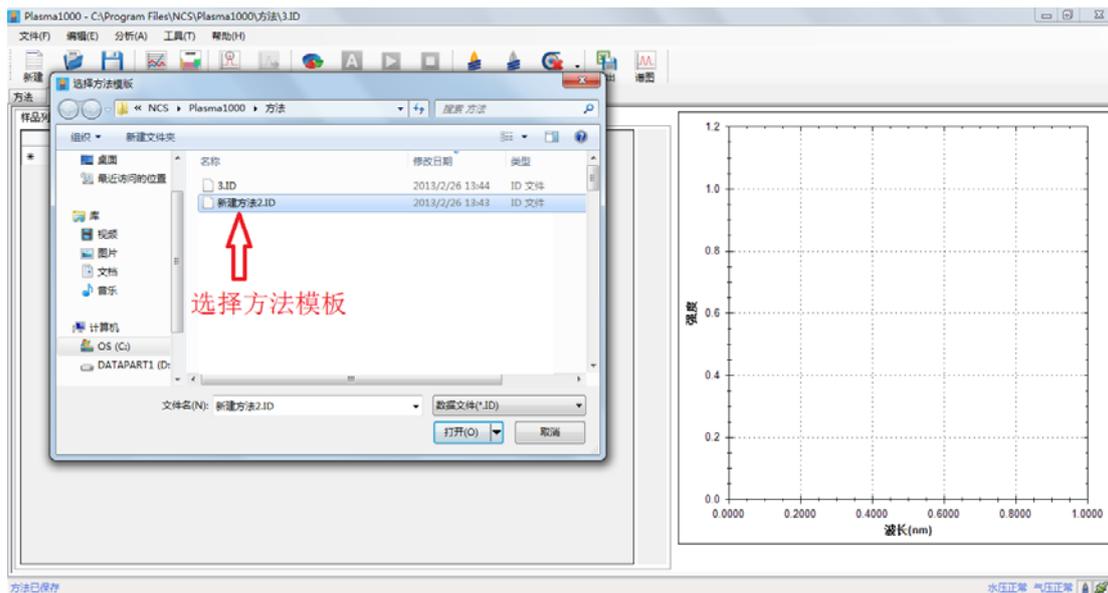


图 19 选择方法模板

5.5 分析前的仪器优化

5.5.1 波长初始化

方法编译完成后，在分析样品前，需要对仪器波长进行初始化。点击  快捷键进入如图 20 界面，开始初始化，在这个过程中可以得到零级光的机械位置。完成后点击**确认**按钮。

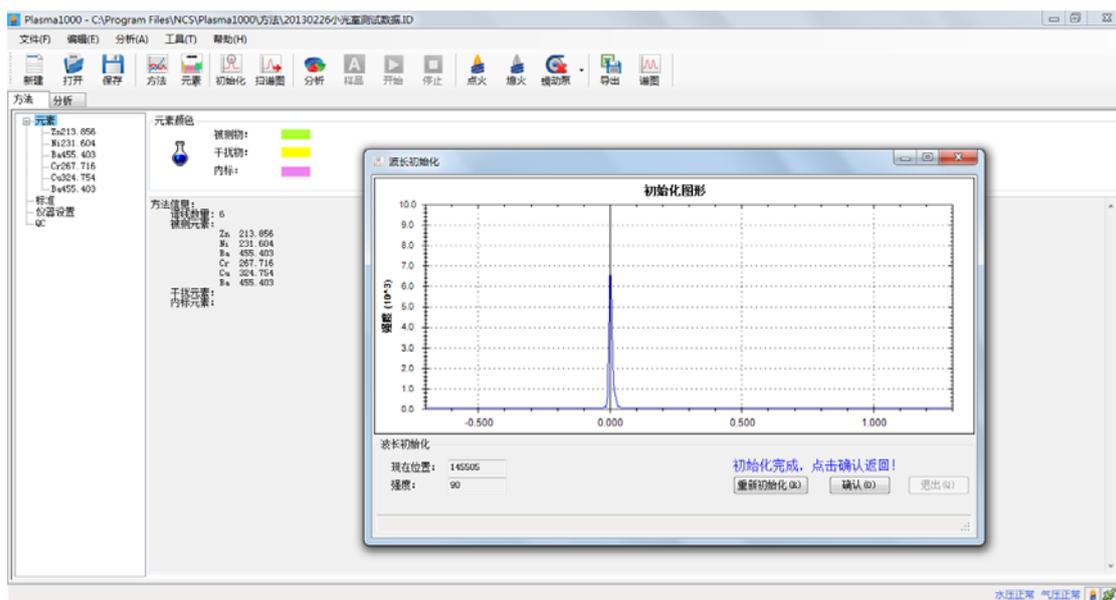


图 20 波长初始化过程中

5.5.2 谱图扫描

波长初始化完成以后，需要进行谱图扫描，以准确确定峰的位置。点击  **扫描**按钮，进入如图 21 界面。在这个界面有多种功能（如图 22）。通过 **设置** 可以设定扫描范围和宽度，设置完成后，将进液管插入含有所有待测元素的纯水溶液中（浓度不大于 10 μg/ml），点击  **扫描**按钮开始扫描。如图 23 谱图正在扫描过程中。等所选元素扫描完成后，软件自动定峰位。在特定的情况下也需要实验员人为判断定峰位。例如，在扫描范围内出现双峰，就需要人为判断。定完峰位（如图 24）就可以选择扣背景点。

将鼠标光标拖到峰的位置，点击  **定峰位**即可定峰位。

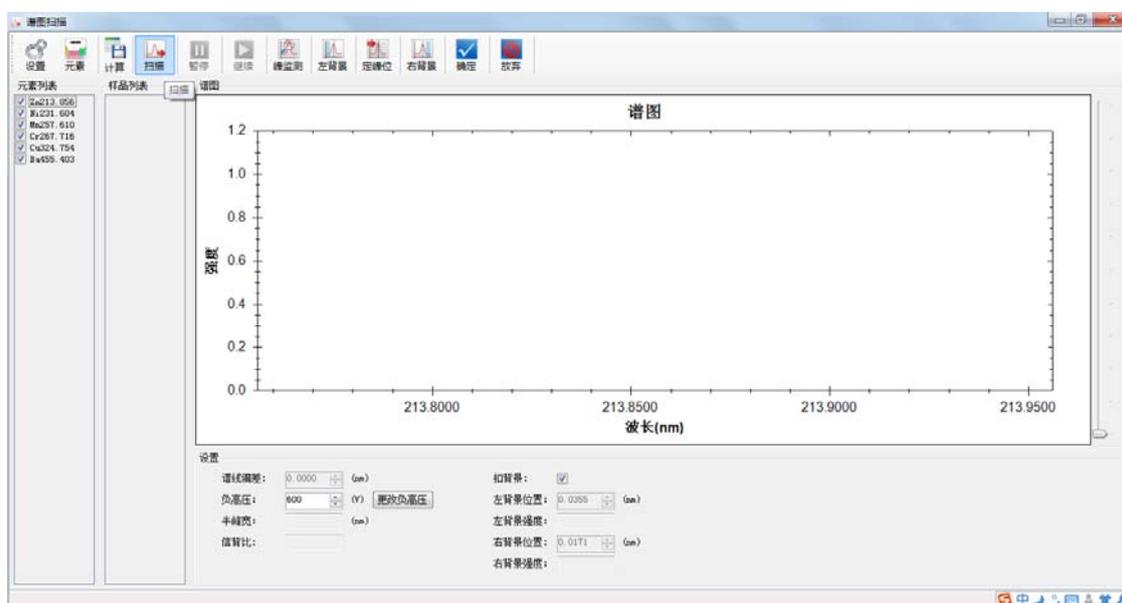


图 21 谱图扫描界面



图 22 谱图扫描界面功能项

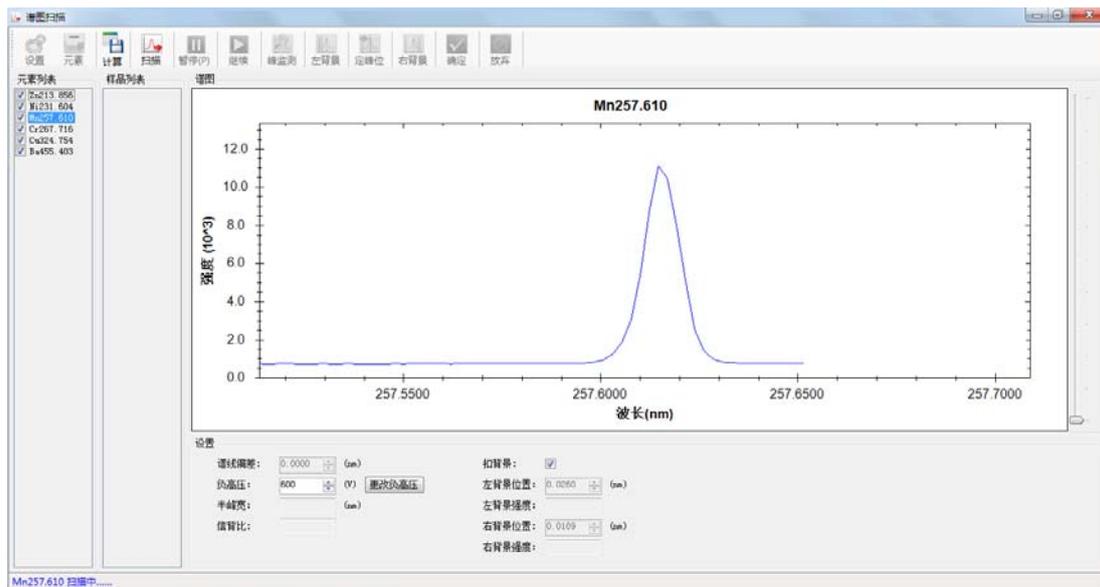


图 23 谱图扫描中

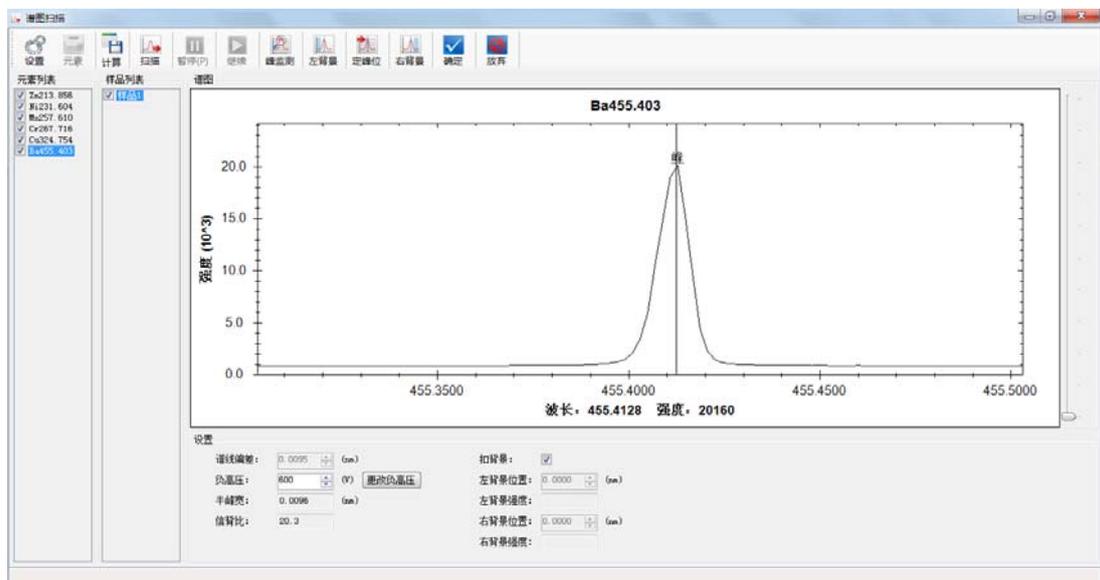


图 24 定峰位

5.5.3 选择扣背景点

扣背景点可以通过谱图扫描来判断，一般要选择在**实际样品和标准溶液都比较平滑的地方**（如图 25 所示），实际操作是这样进行的，将鼠标光标拖到你选定的左边扣背景的地方，点击  **左背景** 实现扣左背景，鼠标光标拖到你选定的右边扣背景的地方，点击  **右背景** 实现扣右背景。实际过程中可以仅扣单边背景，即左背景或右背景。

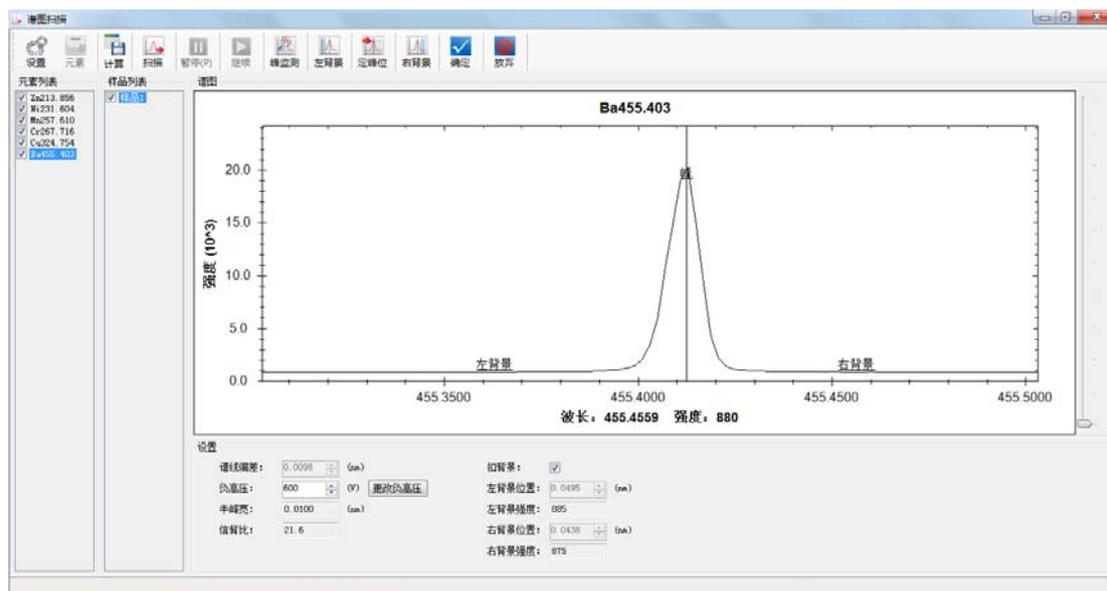


图 25 扣背景

5.5.4 峰值监测

完成上述过程后可以**进行强度优化**，使用峰值检测功能实现仪器检测条件的优化。将进液管放入标准溶液中（10 μg/ml），点击  峰值监测按钮进入监测画面（如图 26），在这个画面可以实时显示强度变化。当你改变载气流量的时候，通过它你可以检测被测元素强度的变化。同样，你可以用在其他参数的调节中，例如冷却其用量、辅助气用量和炬管位置的调节（水平位置和高度）。这样我们就能得到该元素激发的最佳条件（如图 27 所示）。（仪器出厂前，我们公司会对仪器进行调试，我们会给出一个适用于所有能测元素的折中条件。）

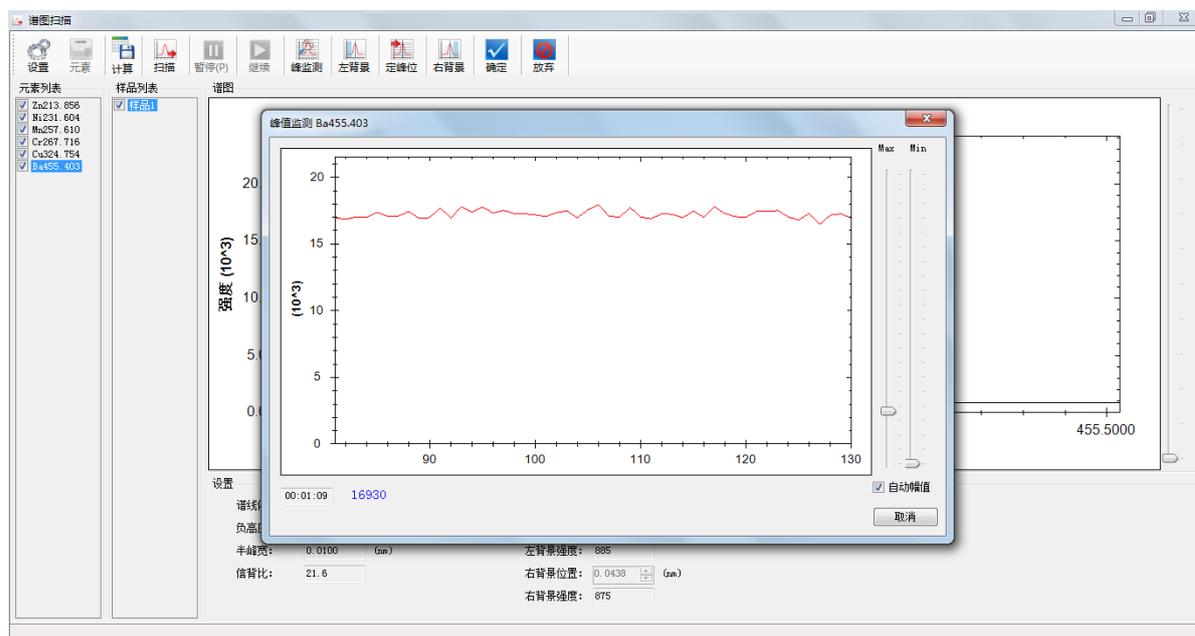


图 26 峰值检测中

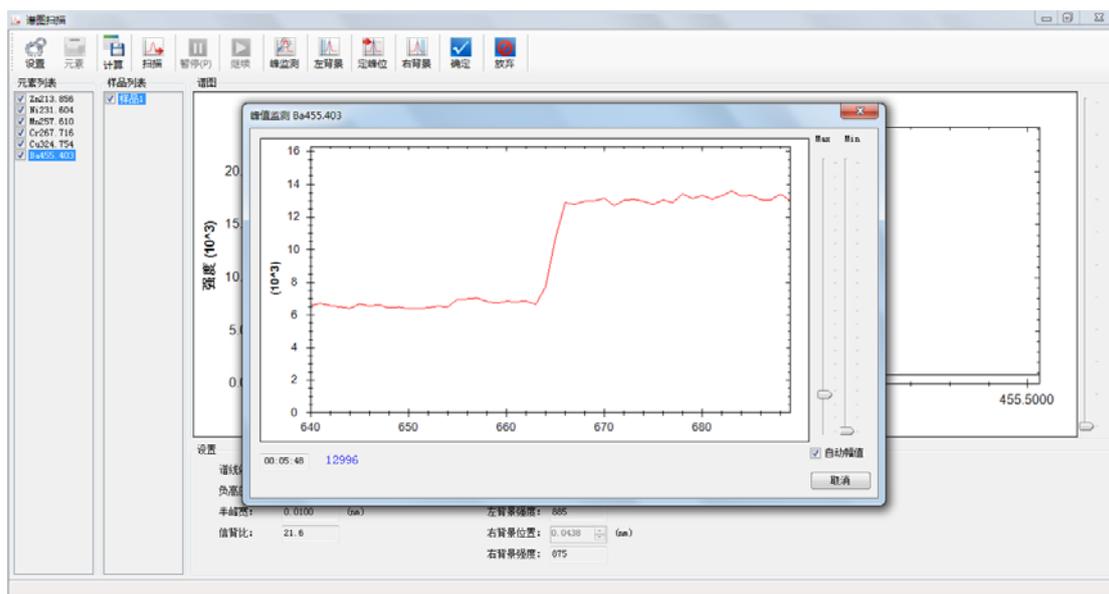


图 27 改变炬管位置对 Ba455.403 的影响

5.6 分析

按  开始分析。按照样品菜单进行分析。首先进行标准化，然后测量实际样品。

5.7 结果打印与数据导出

测试结束后，可以打印测量的数据，也可以将数据导出。

5.7.1 结果打印

选择**文件(F)**，弹出下拉菜单，选择**报告**按钮，弹出如图 28 界面。在这个界面可以设置**报表标题**和**报表内容**。**报表标题**内容包括方法名称、操作者、公司名称和打印时间，**报表内容**包括元素选择、单次结果、原始数据、平均值、标准偏差和相对标准偏差。另外，在这个界面还可以进行**打印机设置**、**页面设置**、**打印预览**和**打印**操作。按照实验人员的要求，设置完成后就可以打印了。

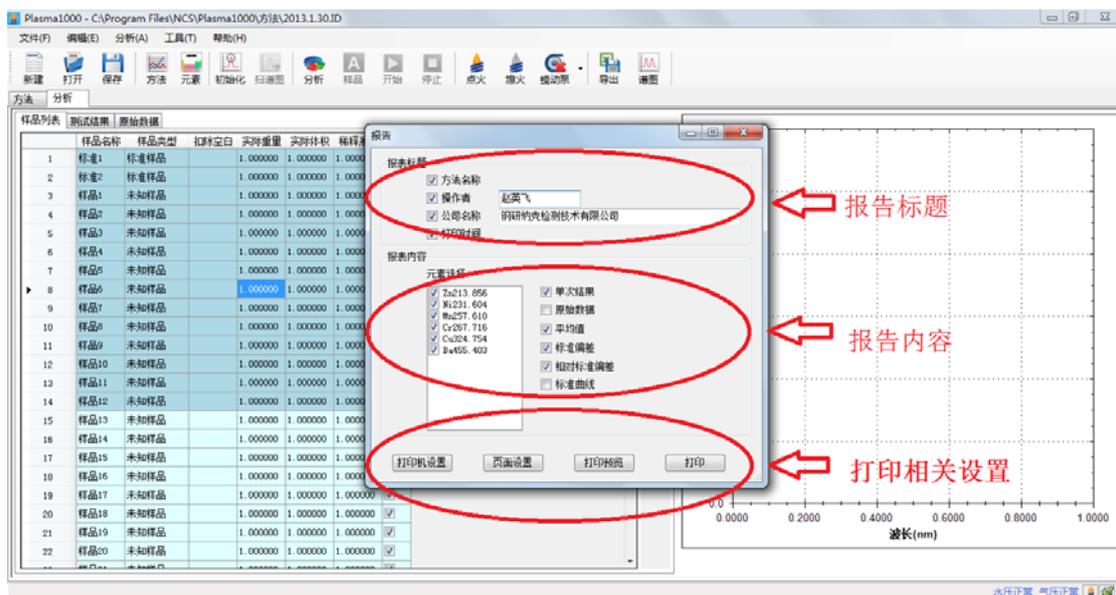


图 28 报告打印设置

5.7.2 数据导出

如果实验员希望将原始数据（原始强度）和结果保留下来，可以通过软件将数据导出。点击快捷键  **导出**，弹出对话框。在对话框内可以选择你要导出的内容，选定后确定，输入保存名称保存到 EXCEL 中。

5.8 其他功能

5.8.1 内标

当分析样品需要加内标元素时，我们可以通过下面的方法选择内标。点击快捷键  **元素**，选择被测元素和内标元素。内标元素在 **选择谱线** 菜单中的类型中设定（如图 29），设定完成后点击确定（如图 30）。

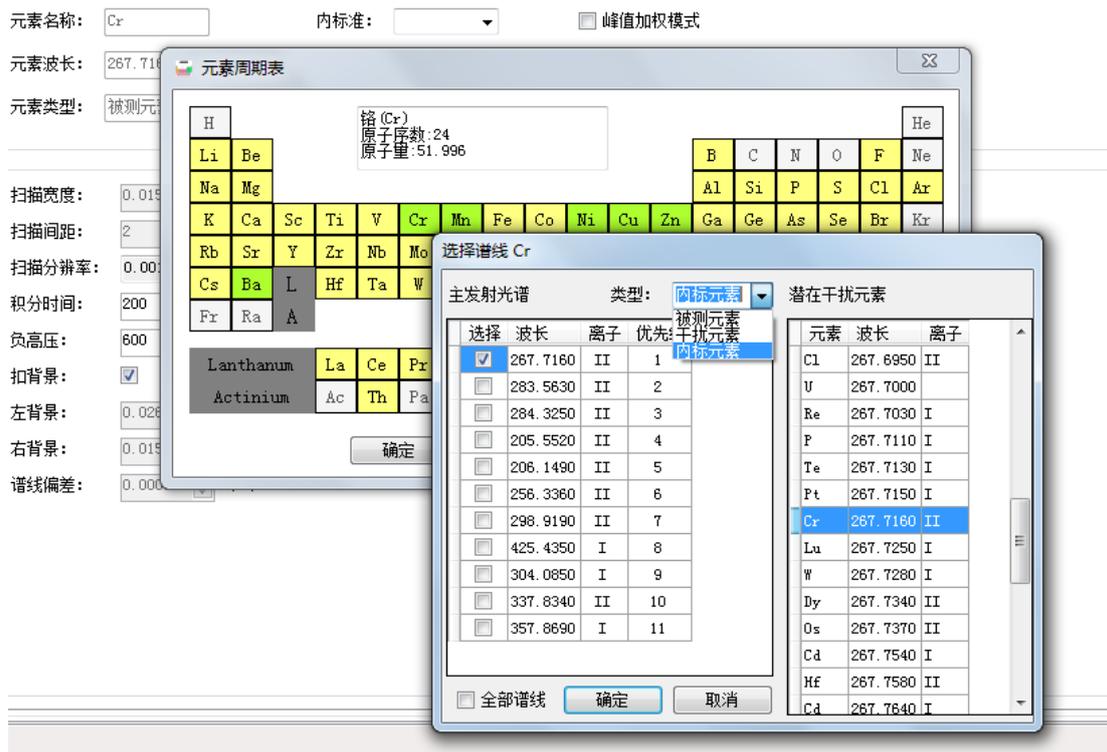


图 29 选择元素类型

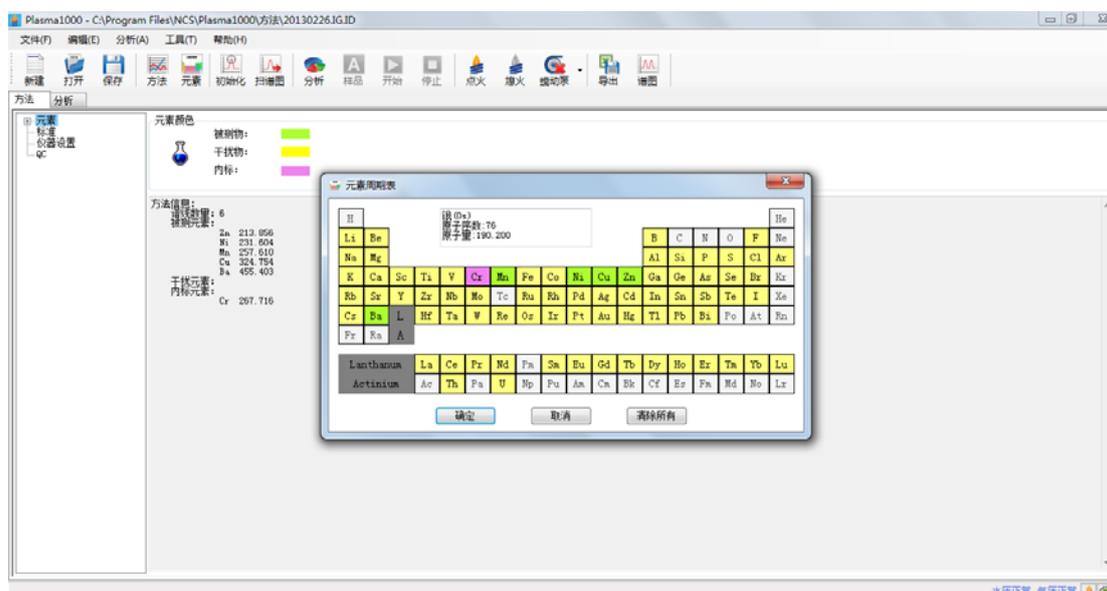


图 30 选择内标元素

元素类型设置完成后，就可以设定需要内标校正的元素了。在**方法**菜单点击**元素**，然后在**元素条件**界面设定需要校正的元素，如图 31 所示。

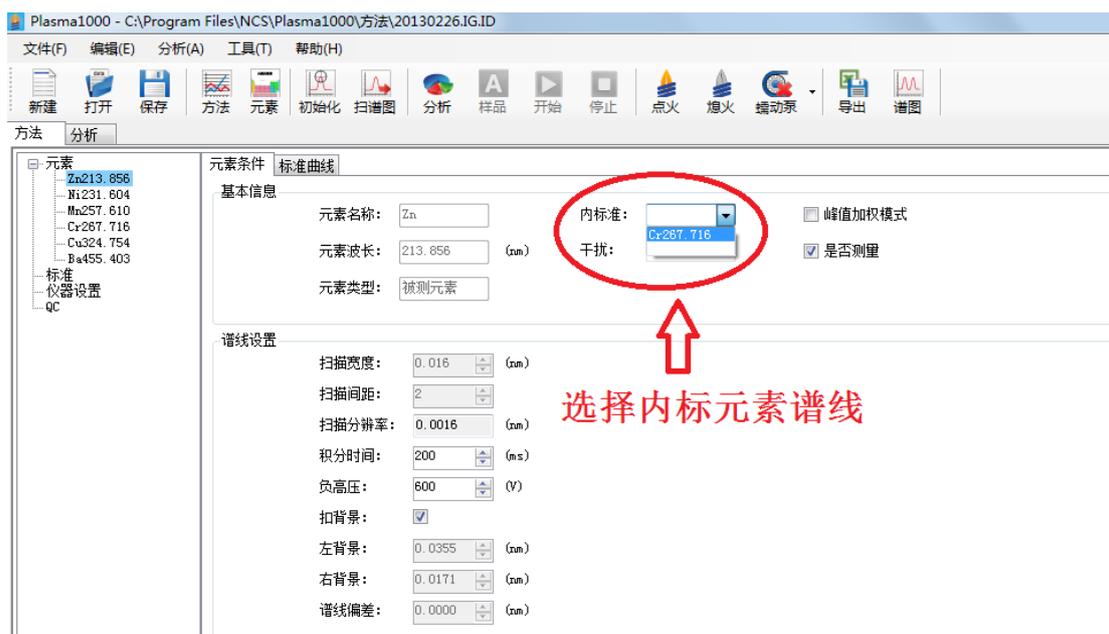


图 31 设定内标

5.8.2 质量控制 (QC)

质量控制 (QC) 所用样品为标准样品或已知浓度的样品，对它们进行频繁地分析，以确保光谱仪产生的结果正确无误。任何超出该接受范围的结果计算机将有提示，是否加入标准曲线重新标准化。

加入 QC 的方法是：在**方法**界面中点击 **QC**，出现如图 32 的界面，在这个界面可以设置 QC 的个数、QC 样品中元素含量、插入间隔和允许的误差。设置完成后，在**分析**界面添加样品列表（如图 33）所示。从图中我们可以看到间隔 10 个样品出现一次 QC，这和我们前面设置有关。我们也可以灵活处理 QC 问题，可以在不同地方灵活插入 QC，只要点击**样品类型**就可以设置了（如图 33）。

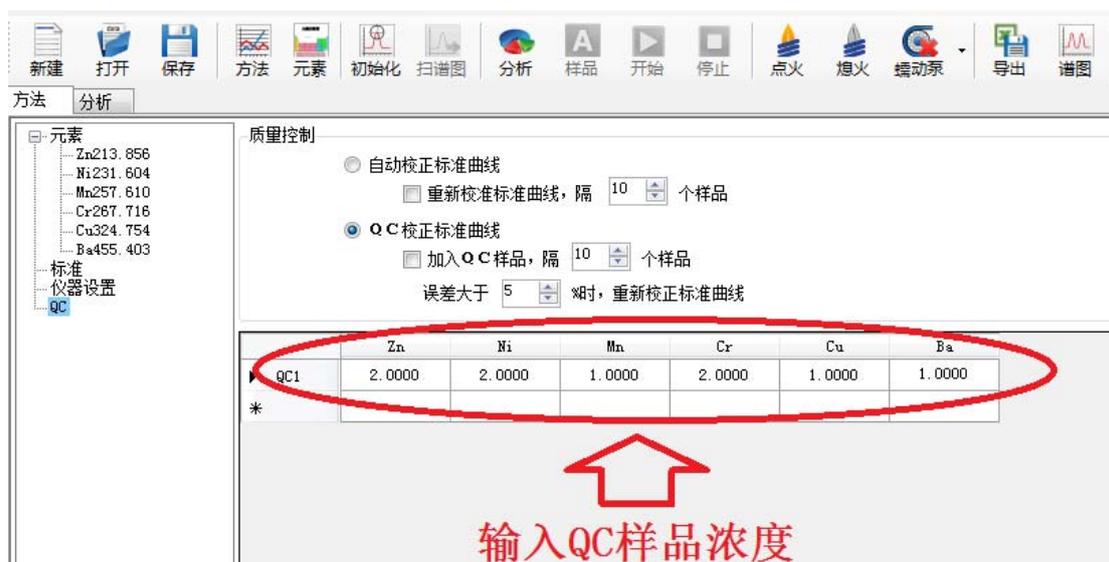


图 32 QC 样品设置

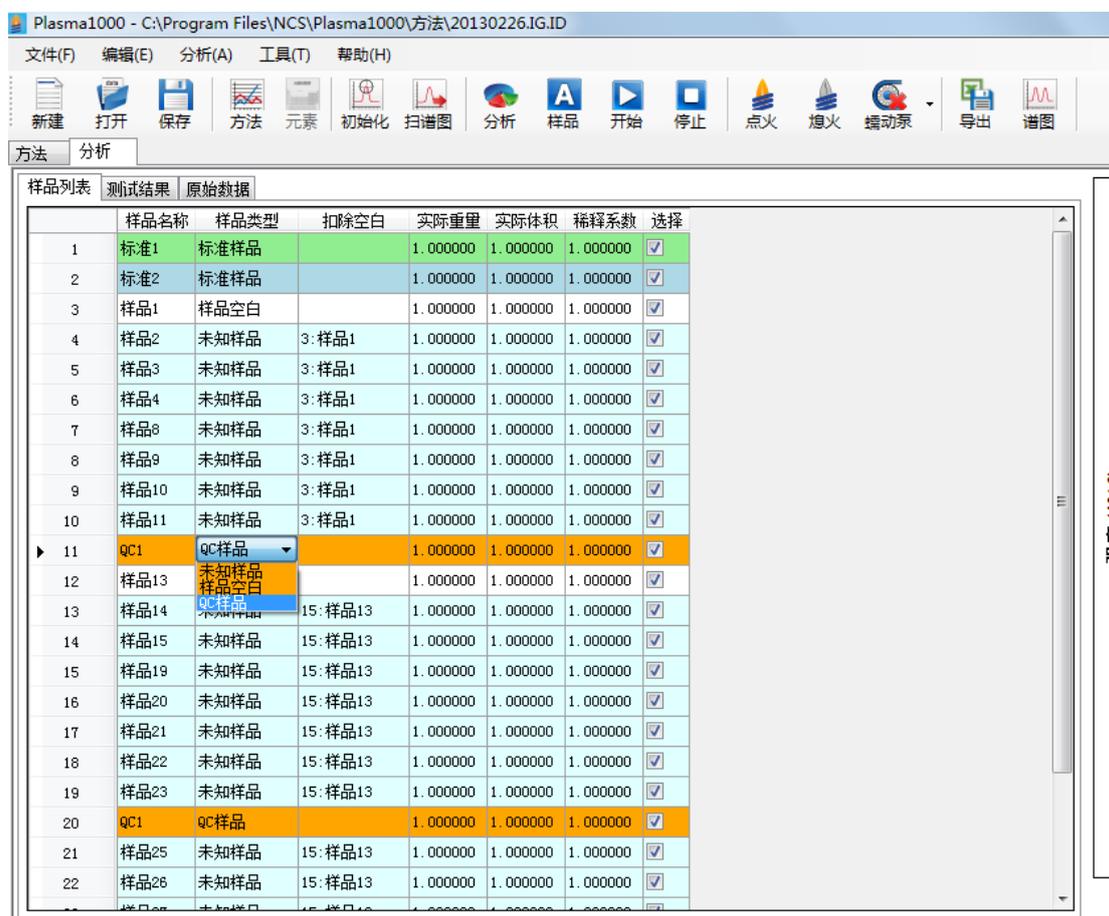


图 33 含有 QC 样品菜单

5.8.3 干扰元素校正 (IECS)

IEC 主要用于扣除干扰元素对被测元素的贡献。它先由干扰元素的纯溶液在干扰元素波长（无干扰）和被测元素的波长处测量其发射强度 I_c 和 I_a ，如果仪

器状态没有变化，则可以认为 I_c 和 I_a 的比值是一定的（与浓度无关），即 IEC 校正因子是常数。此时，仪器状态包括：蠕动泵速、稳定时间、度数时间、积分时间和等离子体参数。

在使用干扰元素校正（IECS）方法时，主要是要确定干扰因子。确定干扰因子需要三种溶液：

空白溶液 测量在干扰物波长和分析物波长处的空白强度；

分析物标样 已知浓度的分析物的标样在分析物测量波长处产生的强度（即分析物测量波长处的灵敏度）；

干扰物标样 已知浓度的干扰物的标样在分析物测量波长和干扰物测量波长（无干扰）处的发射强度（计算得到：干扰物的灵敏度和校正因子 IECS）。

有了三种溶液后就可以进行测定了，方法的编辑是这样的：新建方法后，选择分析元素和干扰元素。在元素的选择上和正常分析是一样的，不同的是干扰元素需要设定（如图 34 和图 35 所示）。设置完成后在元素界面设置被干扰的元素（如图 35~39 所示），

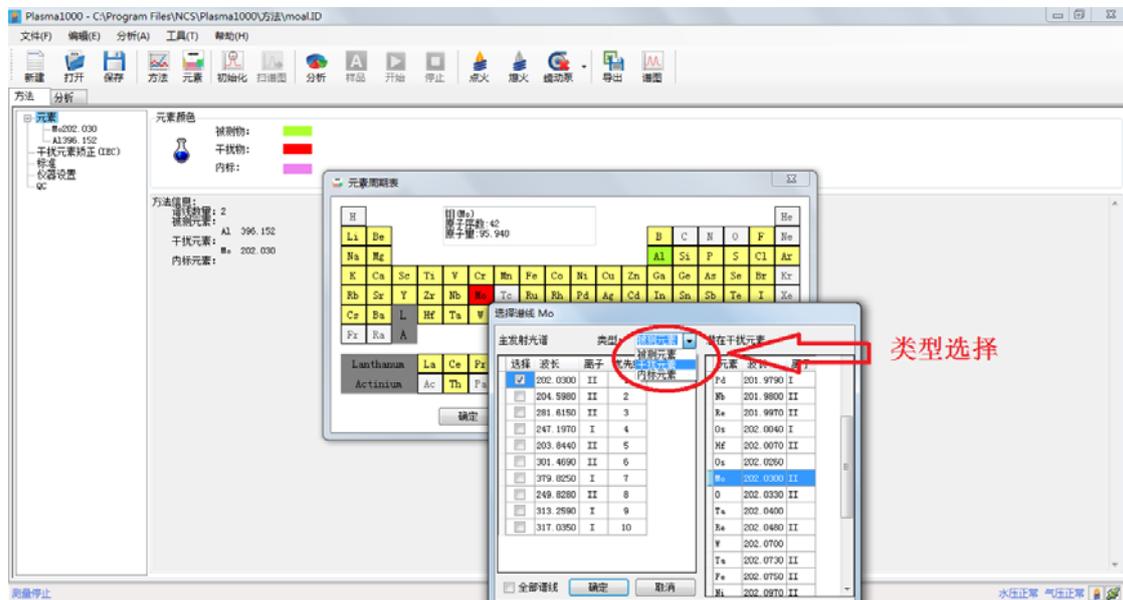


图 34 元素选择和干扰元素的设定

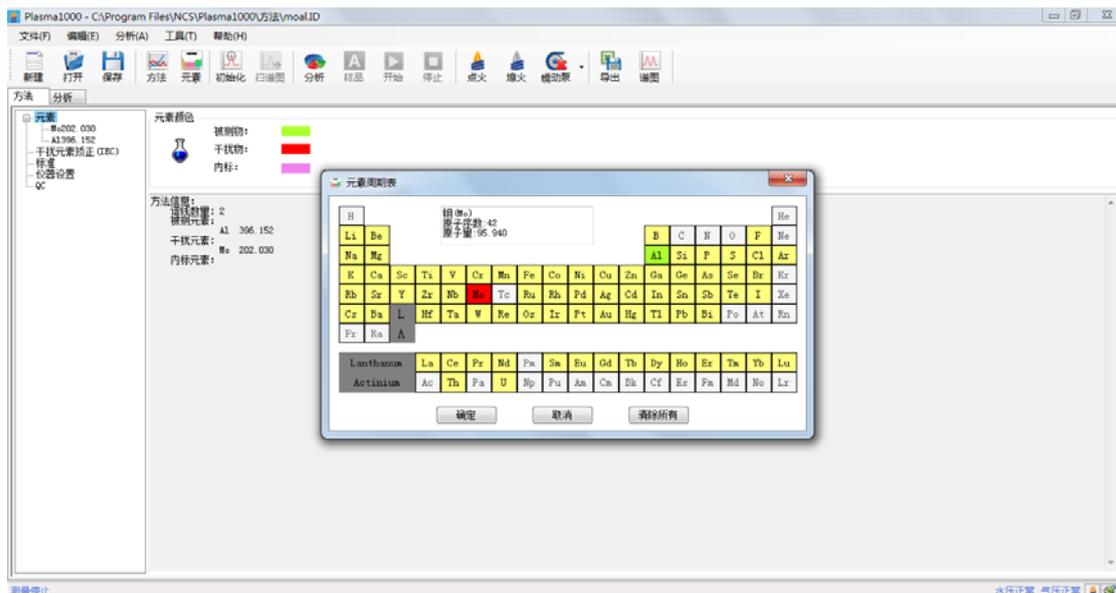


图 35 元素选择界面

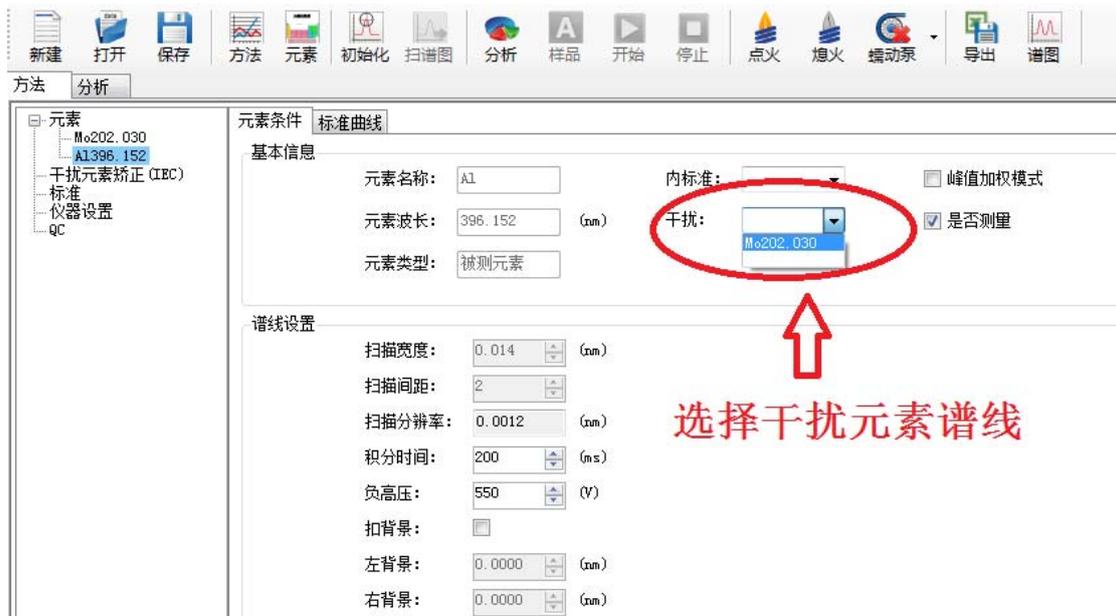


图 36 设置被干扰元素分析线

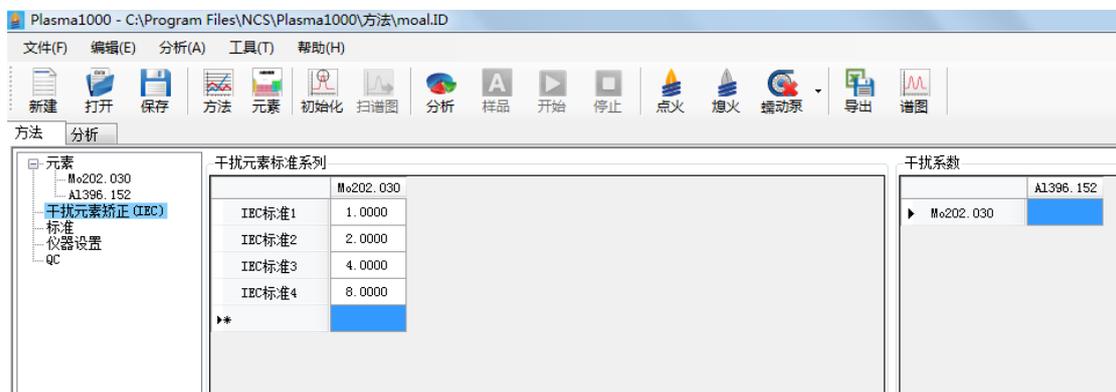


图 37 干扰物标样的设置

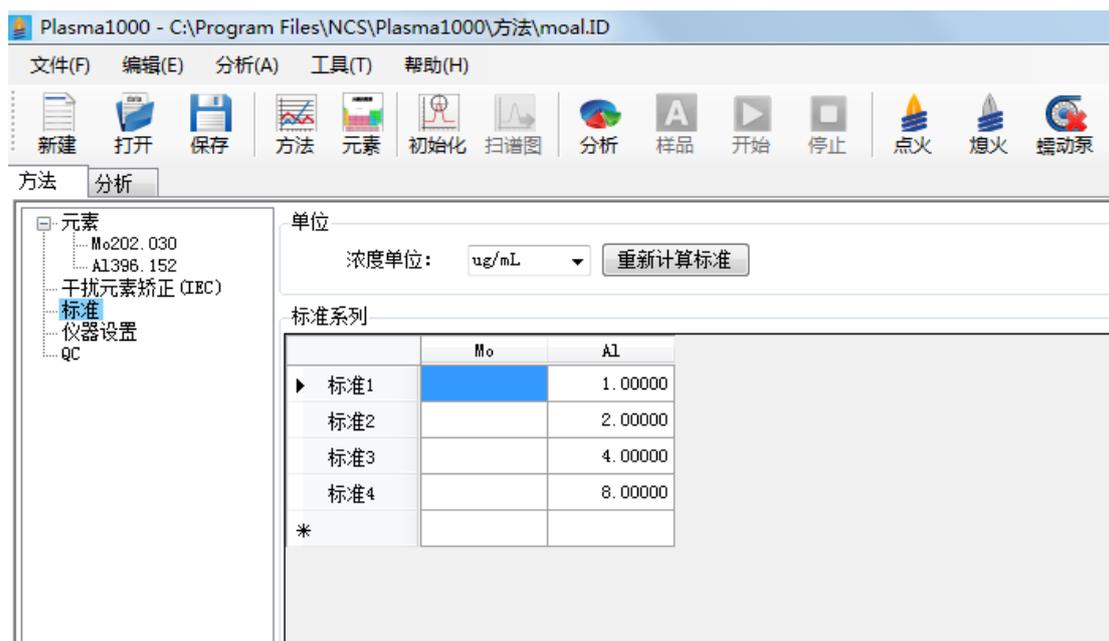


图 38 被测元素标准系列浓度值设置

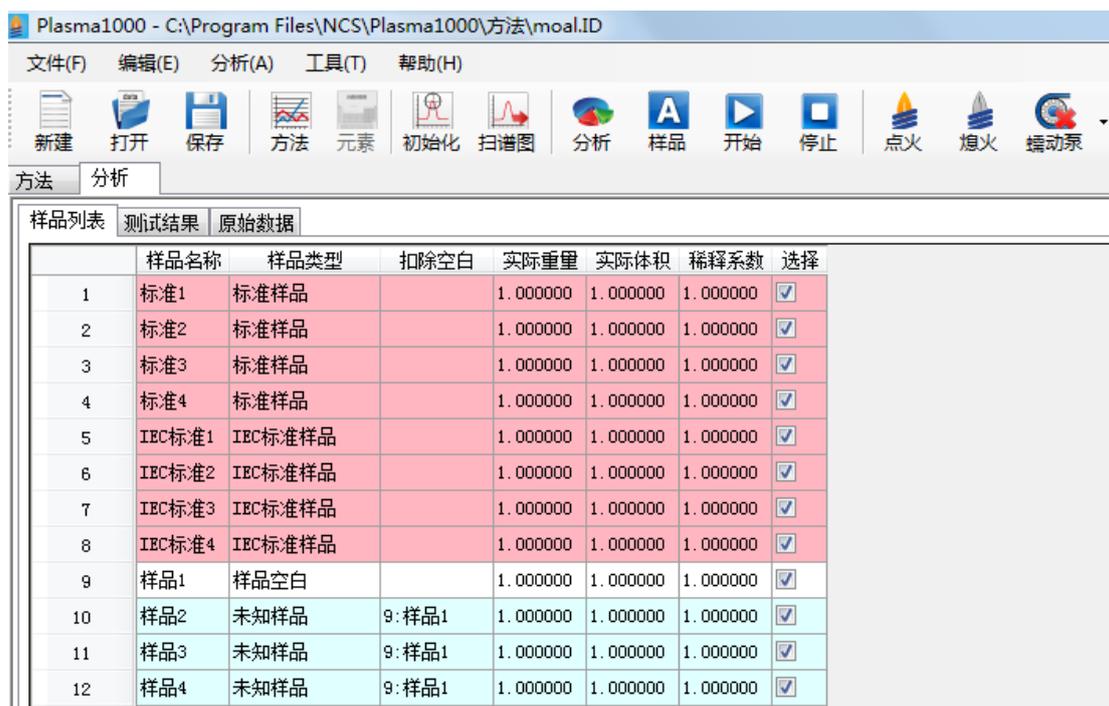


图 39 在样品列表中设置被测元素标准和干扰元素标准

5.8.5 用户设置和系统管理

用户设置和系统管理是在工具（T）菜单中，下面分别介绍这两个功能。在工具（T）菜单中选择用户设置，弹出用户设置菜单（如下图 40），在这个菜单中可以根据操作者的偏好设置颜色；可以设置方法存储的路径，这样可以对测量结果进行管理；可以设置数据的位数，每个实验室可以根据自己情况进行设置。

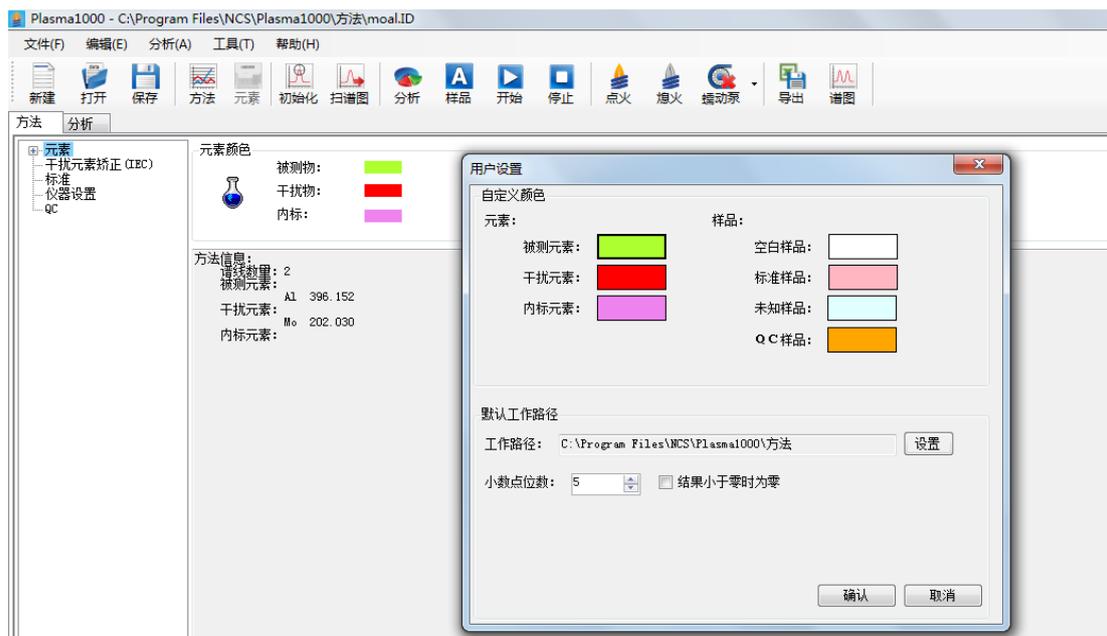


图 40 用户设置界面

系统管理是专门针对仪器管理员或管理者的，设置可以仪器的系统参数。点击**工具 (T)** 弹出对**管理员密码**对话框，管理员输入密码后进入系统管理，在这里可以设置或查看的内容有仪器初始化参数、点火参数、仪器参数和日志，如图 41~45 所示。

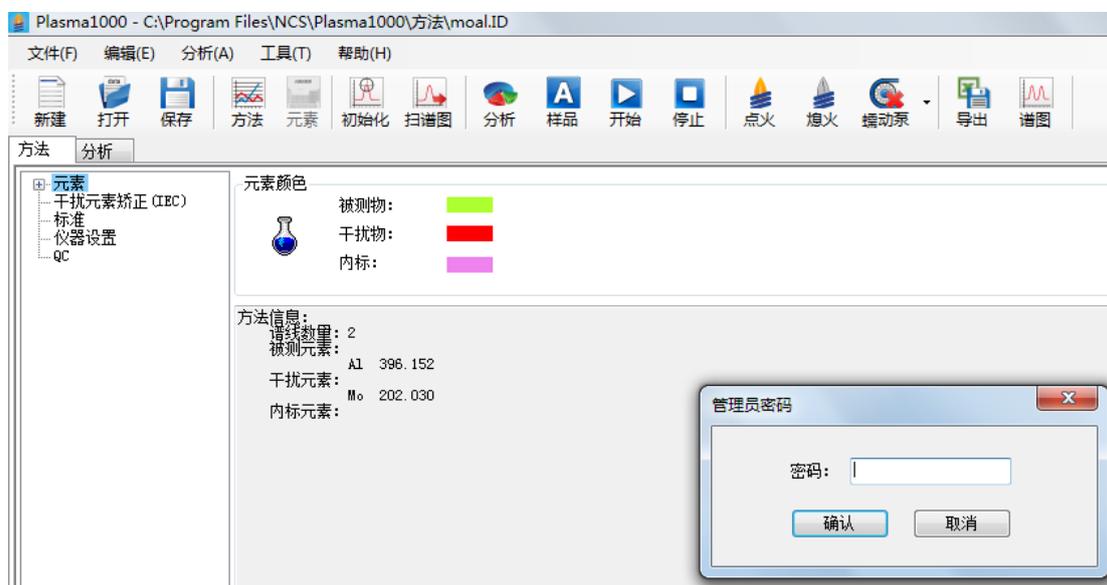


图 41 管理员密码输入窗口

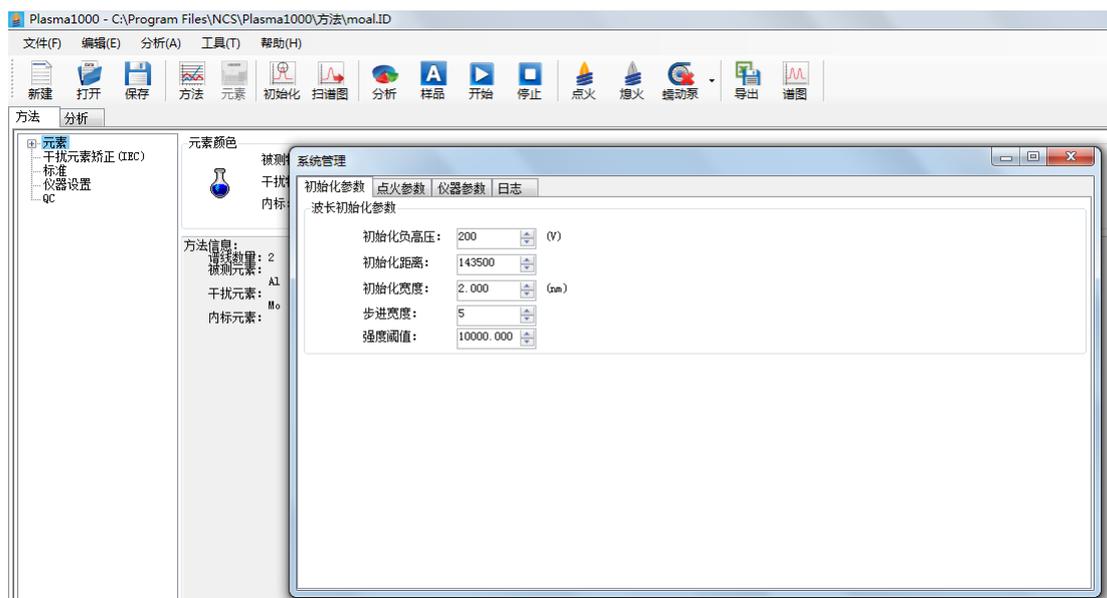


图 42 系统管理界面初始化参数

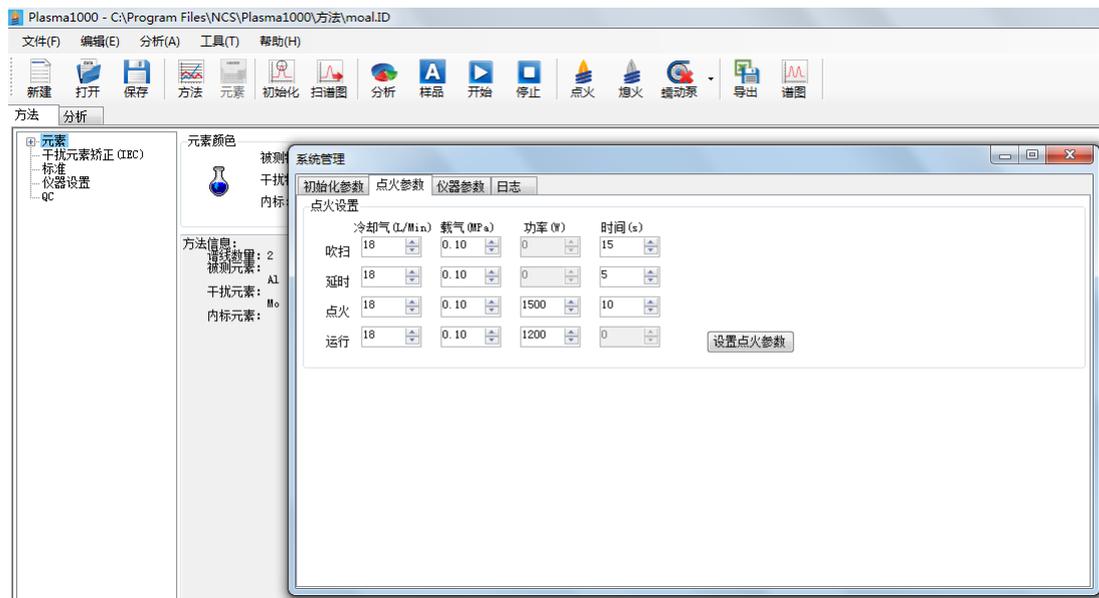


图 43 系统管理界面点火参数

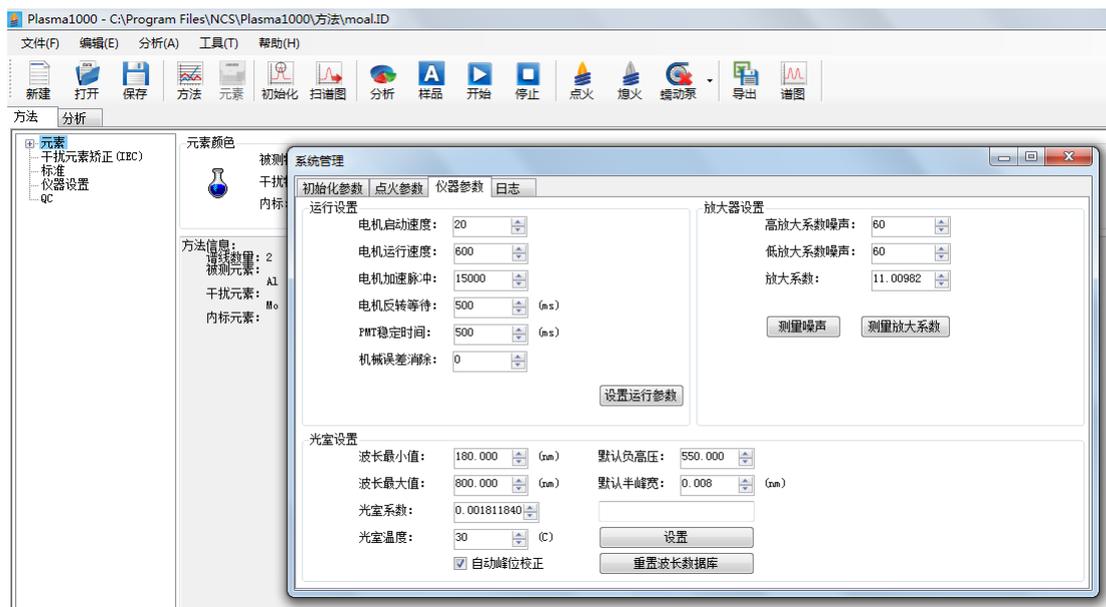


图 44 系统管理界面仪器参数

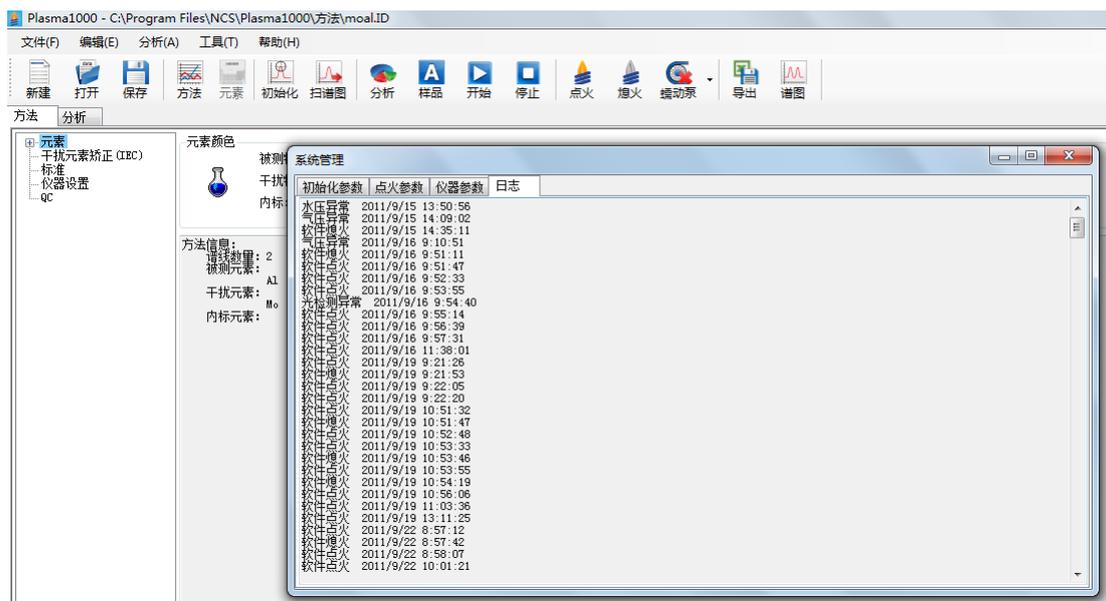


图 45 系统管理界面日志

5.9 关机

1) 分析完样品后，将进液管放入去离子水中冲洗 5min，再放入 2%的稀硝酸水溶液中清洗 3min，再用去离子水清洗 5min，完成后点击  熄火。等离子体熄灭后，蠕动泵将自动停止转动；

2) 熄火后 5min，关闭控制面板上的 **RF 电源** 开关，关闭 **电源** 开关；

- 3) 关闭氩气;
- 4) 关闭控制面板上的 **RF 电源** 开关, 关闭 **电源** 开关后, 等待 5min, 关闭智能循环水;
- 5) 松开蠕动泵夹, 放松蠕动泵管;
- 6) 退出 Plasma1000 操作软件, 关闭计算机和打印机;
- 7) 关闭仪器后面板上左下角的 **总电源** 开关。

5.10 图标含义

5.10.1 仪器状态图标

 **仪器状态:** 点击后可以弹出如下图窗口, 它可以显示各部分当前状况。主要包括 RF 功率、冷却水压力、Ar 气瓶压力、冷却气、辅助气、载气和蠕动泵运行情况;

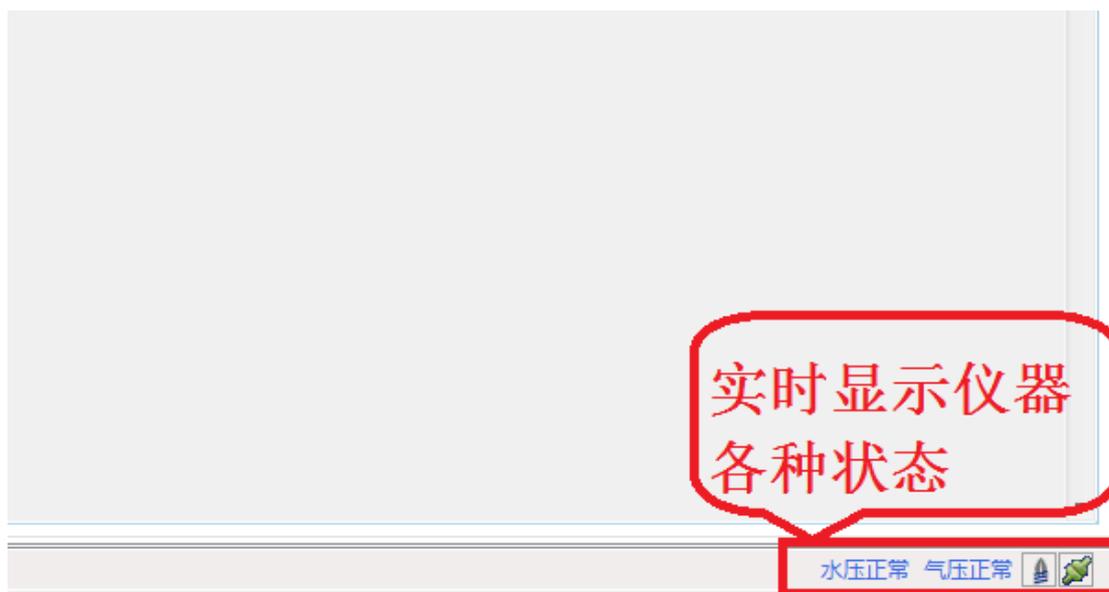


图 46 仪器状态

-  仪器连接正常状态: 显示仪器与计算机通讯状态正常;
-  仪器连接异常状态: 表示仪器与计算机通讯状态异常;
-  熄火状态;
-  等离子体点燃状态;

5.10.2 快捷键区图标



 新建方法;

 打开方法;

 保存方法;

 编辑方法: 保存好的方法或现有方法条件设定完后, 如果需要修改点击此按钮;

 元素周期表: 通过它可以选择要测定的元素、内标元素和干扰元素, 也可以选择谱线, 了解各谱线的干扰情况;

 波长初始化: 通过波长初始化可以确定零级光的机械位置, 从而确定波长的初始位置;

 谱图扫描: 在波长初始化完成后, 进行谱图扫描, 主要的作用是准确定峰位和确定扣背景点;

 编辑样品列表;

 添加被测样品;

 测量样品: 点击后按照样品列表开始分析样品;

 停止分析: 测量过程中可以暂停分析;

 数据导出: 将测量结果导出至 Excel 表格中;

 点火;

 熄火;

 停泵;

 泵慢速;



泵快速；



仪器状态：



谱图显示：测量过程中可以观察峰形变化，通过它可以判断仪器当前状况。

5.10.3 谱图扫描界面快捷键图标



扫描参数设置：设置峰位扫描的扫描宽度和扫描间隔；



暂停：扫描过程中，每扫描完一个元素后有 3 秒的时间可以选择暂停；



继续：当你选择暂停后，你可以点击此图标继续；



峰值监测：此项功能可以进行仪器状态优化，例如当你改变载气流量的时候，通过它你可以检测被测元素强度的变化。同样，你可以用在其他参数的调节中，例如冷却其用量、辅助气用量和炬管位置的调节（水平位置和高度）；



左背景：点击此图标可以设置左背景；



定峰位：点击此图标可以设置峰的位置；



右背景：点击此图标可以设置右背景；



确定条件：当峰位置以及背景设置完成后，点击此图标确定设定的条件；



放弃条件：此图标的作用是取消已经刚设定的条件；

5.11 术语

5.11.1 内标（Internal Standards）

5.11.1.1 内标的作用

内标方法是为了克服因样品基体所致的强度变化和波动而采用的一种补偿技术。此技术的作用是改善分析的准确性和精密度，克服基体效应。当被分析谱线和内标谱线同时被测量时，使得噪声补偿成为可能。因为引起被分析谱线强度

波动的因素同样能引起内标谱线的波动, 所以其比值可以补偿波动带来的强度变化。

内标可以用来克服两种类型的基体效应:

- a. 进样差异: 样品和标样黏度不同。该差异会导致进样速度的变化。
- b. 等离子条件差异: 样品在等离子体中激发条件的影响以及仪器状态的变化。

5.11.1.2 内标选择的原则

为了补偿进样差异, 可以用任何适合的参考元素为内标; 为补偿等离子体条件差异, 必须选择那些与被分析谱线有类似光谱特性的参考元素为内标。因此, 内标选择的原则为:

- a. 被测样品不含内标元素;
- b. 内标元素不应给样品带来谱线干扰;
- c. 内标溶液必须与样品溶液化学兼容;
- d. 内标与被分析元素光谱特性及离子状态尽量接近。

在 ICP-AES 分析中常采用的内标元素有 Sc、Y、La 和 Lu, 因为, 这些元素被污染的可能比较低。唯一例外的是 Y, 在某些环境样品中发现有该元素存在。

5.11.2 干扰元素校正 IEC (Inter-Element Corrections)

当被分析谱线与其他元素存在谱线干扰时, IEC 可以用来为被分析谱线建立干扰元素校正模型。IEC 主要用于扣除干扰元素对被测元素的贡献。它先由干扰元素的纯溶液在干扰元素波长 (无干扰) 和被测元素的波长处测量其发射强度 I_c 和 I_a , 如果仪器状态没有变化, 则可以认为 I_c 和 I_a 的比值是一定的 (与浓度无关), 即 IEC 校正因子是常数。此时, 仪器状态包括: 蠕动泵速、稳定时间、度数时间、积分时间和等离子体参数。IEC 光谱校正计算公式可以用下式表示:

$$\text{校正浓度 (Corr. Conc.)} = \text{原始浓度 (Raw Conc.)} - \sum_{i=1}^n I_{f_i} * I_{e_i}$$

其中: i 干扰元素的种类;

I_{e_i} 干扰元素 i 在分析溶液中的浓度;

I_{f_i} 干扰元素 i 的 IEC 校正因子。

5.11.3 QC (quality control) 质量控制

质量控制 (QC) 是向操作人员提供光谱仪运行情况或反馈样品质量情况的

有效工具。

质量控制（QC）所用样品为标样，对它们进行频繁地分析，以确保光谱仪产生的结果正确无误。任何超出该接受范围的结果计算机将有提示，是否加入标准曲线重新标准化。

5.11.4 其他术语

雾化器 nebulizer

炬管 torch

等离子体 plasma

蠕动泵 Peristaltic pump

空白 blank solution

基体 matrix：溶液中被分析物以外的物质。

背景校正 background correction

记忆效应 memory effects

基体效应 matrix effects：溶液中被分析物以外的物质造成的干扰。

谱线干扰 spectral interference：由于光谱仪分辨率不够造成的谱线干扰。

雾化器载气 carrier gas or inner gas

辅助气 auxiliary gas

冷却气（等离子体气） cool gas or plasma gas

原子发射线 atom line：从原子的激发态跃迁回基态所产生的发射光谱，一般在元素后标“I”，如 BaI 553.5。

离子线 ion line：从原子的离子态跃迁回到基态所产生的发射光谱，一般在元素后标“II”、“III”，分别表示一次离子线和二次离子线，如 BaII 455.4nm。

离子化干扰 Ionization interference：由于样品引入等离子体中，如果分析溶液产生电离而增加自由电子，将改变等离子体中的电离平衡而造成干扰。

零级光：根据光栅方程 $d(\sin \alpha + \sin \beta) = m\lambda$ ，当 α - 入射角等于 β - 出射角时，光是全反射，此时 $m=0$ 。

5.12 评价 ICP 分析方法的指标

检出限与精密度、准确度是评价一个分析方法的重要指标。在 ICP 分析过程中还有其他的一些指标。下面将一一表述。

(1) 检出限 (Detection limit)

检出限(D.L.)是指能被所提供的分析手段可靠检出的分析物的最小量。按照国际 IUPAC 检出限委员会对于检出限的规定：检出限是指能以适当的置信水平检出的最小测量值 (X_L) 所对应分析物的浓度 (C_L) 或绝对量 (Q_L)。在发射光谱中常以背景测量值 X_b 作为空白值 X_{bl} ，相应的标准偏差为 s_{Xb} ， S 为相应的灵敏度，则：

$$C_L = \frac{\overline{X_L} - \overline{X_{bl}}}{S_L} = K S_{Xb} / S$$

式中： $\overline{X_L}$ 为检出水平时的信号平均强度；

S_L 为检出水平时的灵敏度。

(2) 灵敏度 (Sensitivity)

灵敏度定义为分析校正曲线的斜率： $S = \frac{dX}{dC}$ 或 $\frac{dX}{dq}$

(3) 测定下限 (L.Q.D)

测定下限表示一个分析方法可以有效测定的最低下限。通常用 5 倍检出限来表示。L.Q.D=5 D.L.

背景等效浓度 (BEC) 表示该元素在其分析线处的背景强度相当于该元素浓度的量，单位： $\mu\text{g/mL}$ ：

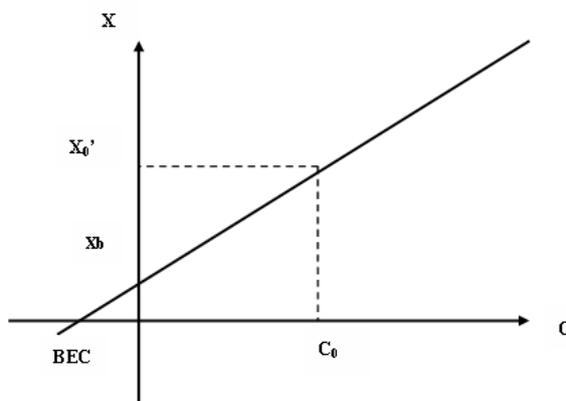
$$\text{BEC} = X_b C_0 / X_0$$

式中： X_b 为背景强度；

C_0 为分析物的浓度；

X_0 为分析物的净强度；

通常用 C_0 为 100 倍检出限进行测定。



(4) 精密度 (Precision)

精密度 (Precision) 是指对同一样品多次重复测量结果的符合程度。

重复性 (Repeatability) 是由一个人在同一实验室用同一个样品进行多次

重复测量时，测量结果的符合程度称为重复性。

再现性（Reproducibility）是在不同的实验室有不同的实验员用同一方法对同一样品进行多次重复测量时，测量结果的符合程度称为再现性。

测量的精度通常用相对标准偏差（RSD）表示： $RSD = \frac{s}{x} \times 100\%$

（5）准确度（Accuracy）

ICP 方法的准确度通常可以用有证标准物质进行验证，也可以通过回收率实验来考核。回收率按下式计算：

$$Y = \frac{m1 - m2}{m3} \times 100\%$$

式中：Y 表示回收率，%；

m1 试样中加入待测元素后测得的量， μg ；

m2 试样中该待测元素测得的量， μg ；

m3 加入的待测元素的量， μg 。

第六章 运输与储存

仪器采用木箱包装，内部固定。吊装、运输中应尽量减少震动，避免生锈。应贮存在防震、干燥的室内，仪器周围无强交流电干扰，无强气流及酸、碱等腐蚀性气体。贮存期限一般不超过三个月。

第七章 开箱及检查

由本公司技服工程师到客户现场开箱，开箱时买卖双方均在场。ICP-AES 光谱仪是精密光学仪器，开箱应尽量避免仪器剧烈振动。由客户和工程师按照装箱单所列物品进行清点，并做好记录。检查仪器各部分在运输过程中是否有松动或损坏，检查物品是否齐备，与装箱单是否相符。

第八章 安装调试

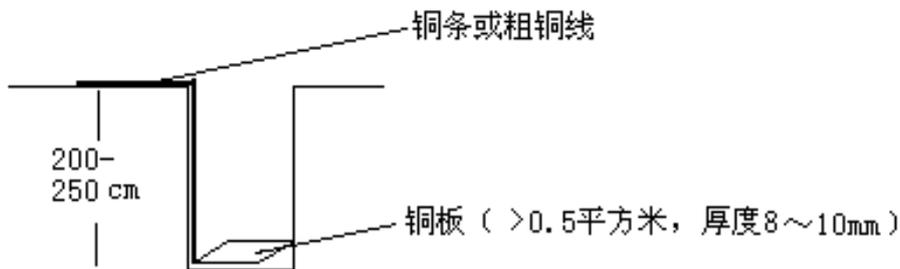
仪器安装、调试由本公司技服工程师完成。安装、调试后的验收试验项目、方法和判据参照国家标准和国家计量检定规程(或与客户签订的合同中关于验收标准的要求)。

8.1 安装条件

设备基础安装条件如下：

- (1) 实验室要求温度稳定且防尘（建议温度为 25 度），双层门窗，具有一定的使用面积。仪器实验室应与制样室隔离。为了使仪器能够顺利的进入实验室，实验室门的宽度应大于 850 mm。
- (2) 实验室要求配备空调机、温湿度计，实验室湿度若大于 80 %，应配备除湿机。
- (3) 防震性能好，抗冲击能力为 10 个重力加速度。
- (4) 实验室地面无明显震感，电磁干扰小，抗电磁场干扰，实验室附近无中频炉，变压器等高频发生装置。
- (5) 粉尘要求：小于 500 个质点/千升。
- (6) 配备专用独立地线（ICP 光谱仪单独使用），接地电阻必须小于 4 Ω 。地线与电源零线间无电压或小于 3 V。可参考图 2。

此项特别敬告用户应很好地去实施!!!



结点要求用电焊连接

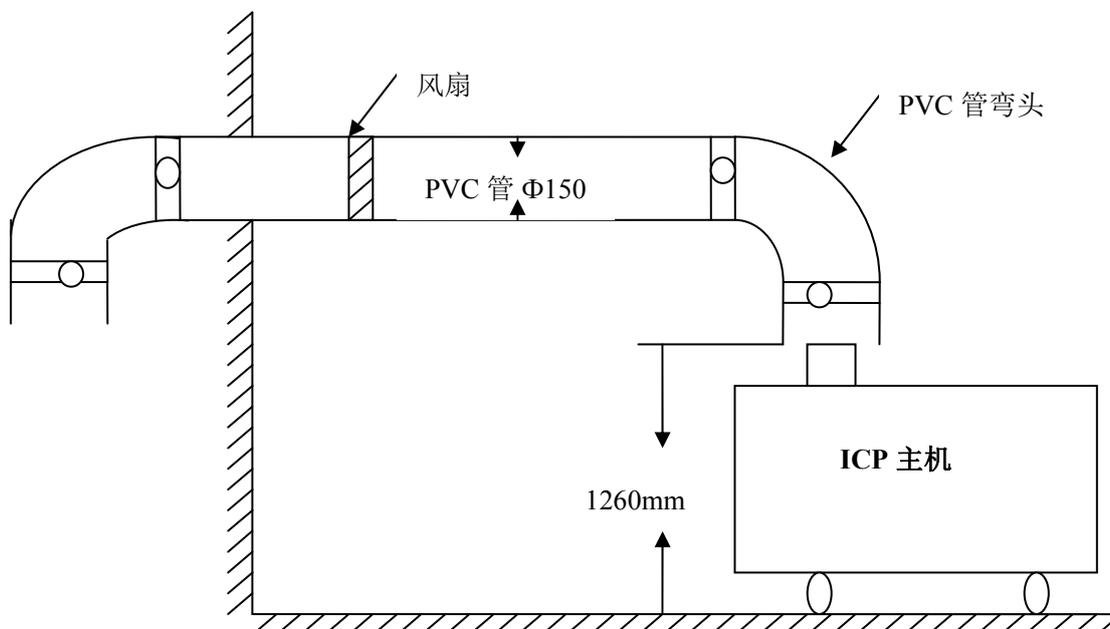
图2 接地示意图

(7) 配备纯度大于为 99.994 % 的氩气 2 瓶，配备一个氧气表。样品制备设备。

(8) 排风要求：使用 ICP 进行分析测试时，排出的气体主要是氩气，但也有部分金属蒸气和生成的多种气态物质，因此 ICP 进样系统上方应安装排风设备。

此项特别敬告用户应很好地去实施!!!

a. 抽风口应装置在主机 ICP 等离子体室上方，排风设备的安装尺寸与方式可参考下图。



排风系统：用户可以个根据自己实验室的条件自行决定管道的长度，所需的材料为 Φ150PVC 管三段，PVC 弯头两根，PVC 胶水

图3 通风安装示意图

b. 排风量大小，以一张纸贴在抽风口处，能被轻轻吸住为宜。太大影响火焰稳定性；太小起不到排风作用。具体情况视排风管道长短、粗细、走向而定。

c. 排风管道我们建议用户用 $\varnothing 150\text{mm}$ 的 PVC 管, 弯头 2 个。具体大小长短是具体情况而定。风扇厂家提供。

(9) 冷却水要求: 冷却水供 ICP 运行时使用!!

a 水压达到 0.1 MPa、流量 5 升/分钟以上，冷却水电阻大于 $1\text{M}\Omega$ 。

b 水源出口处应安装与外径 $\varnothing 10\text{mm}$ 塑料管相配的接头。

c 用户只准备 40 升蒸馏水即可。

(10) 实验室其它要求: ICP 光谱仪落地可移动且自带操作台。用户只需准备放标液和试液用的试剂架和试剂柜即可。本仪器是一种大型精密无机分析仪器, 配有微机, 要求使用环境清洁无尘, 室温不宜剧烈变化, 为防止酸、碱及其它腐蚀性气体侵蚀仪器, ICP 室必须和化学室分开。对于用 ICP 分析超微量(尤其是 Ca Mg Si Zn P B)及易受环境污染的元素, 其室内环境和所用器皿要特别小心, 使用的去离子水或石英二次蒸馏水确保合格。

8.2 安装注意事项

*安装条件准备充分、完全是工程师现场高效工作的前提保障,
只有工程师在每个用户的高效率工作, 才能保证纳克公司全体用
户都能随时得到及时、高质量的售后服务, 为此纳克公司对安装
工作做如下声明:*

1. ICP 光谱仪安装条件中的 6、7、8、9 项为不可替代项, 未达到技术要求, 工程师不能安装仪器。
2. 由于用户未能满足安装条件而要求技服工程师到达现场, 技服工程师在指出准备条件的不足后, 当日必须离开用户现场。此次发生的差旅费用及工程师 1 日的工时费由用户承担。
3. 用户再次确认准备条件并支付上次费用后的 7 日内, 纳克公司重新派工程师

到现场。

4. 由此造成的相关损失，用户自行承担。
5. 工程师到达现场后发现安装条件不满足要求，而用户又强烈坚持安装调试设备时，用户签订“仪器安装调试补充协议书”后，可以实施安装。

8.3 验收

安装、调试后的验收试验项目、方法和判据参照国家标准和国家计量检定规程（或与客户签订的合同中关于验收标准的要求）。

第九章 故障的分析与排除

9.1 等离子体点不着火

如果遇到等离子体点不着火！检查：

- (1) 点火枪 (tesla) 工作是否正常 (点火时有无滋滋声)；
- (2) 检查高压开关开否；
- (3) 点击软件，看仪器与计算机通讯是否正常；
- (4) 通讯正常后，查看各状态是否正常，主要包括：氩气、循环水、门保护；
- (5) 检查氩气压力是否在 0.4—0.6MPa 范围，氩气纯度是否够 99.992%；
- (6) 检查进样系统连接是否正常，雾室有无积液；
- (7) 检查炬管是否需要清洗；
- (8) 光纤传感器头需要清洗；
- (9) 室内湿度过大；
- (10) 匹配调谐是否正常；

9.2 测试数据异常

当测试时，发现仪器测试数据异常请检查：

- (1) 蠕动泵管是否需要更换；
- (2) 雾化器是否堵塞；
- (3) 炬管是否需要清洗；
- (4) 氩气是否足够；
- (5) 雾室有无积液，排液是否正常；
- (6) 光室温度是否为设定温度；
- (7) 检查设定条件是否正常；
- (8) 实验所用器皿是否干净；
- (9) 样品处理是否完全；

9.3 电子管灯丝不亮

- (1) 电源箱 1A、5A 保险丝已坏。排除这类故障，只需要换一只新保险丝即可。
- (2) 冷却水箱电源和水泵是否打开，如水压不足电源也不会打开。

9.4 高压开按钮合不上，出现过压保护即跳闸

出现这种情况请联系工程师。

9.5 有阳流而没有栅流

出现这种情况请联系工程师。

9.6 实验器皿的洗涤与存放

- (1) 使用前玻璃及聚四氟乙烯器皿一般用蒸馏水冲洗 3 次。
- (2) 使用后的器皿，一般浸没在稀盐酸溶液（体积比 1+4）中，加热煮沸冷却后取出，分别用一般蒸馏水冲洗 5 次以上，高纯水冲洗 3 次。置于无灰尘处自然凉干。
- (3) 可以在无尘处自然凉干储存，也可以容量瓶可装满蒸馏水存放。

第十章 保养与维护

10.1 实验室环境的维护

在一起使用过程，应尽量保持仪器清洁干净。建议实验室有专门人员定期擦拭仪器，维护实验室清洁。使用后，应将废液桶倒空清理干净，用抹布擦拭使用过程中溅出的液滴，防止腐蚀仪器面板。

仪器的使用环境维护要求：

- (1) 实验室温度稳定且防尘（建议温度为 25 度）；
- (2) 仪器实验室应与制样室隔离，并保持实验室清洁卫生；
- (3) 仪器室一定不能有酸、碱及其它腐蚀性气体、蒸气或烟雾以防侵蚀仪器；
- (4) 仪器的排风良好；
- (5) 废液桶中的废液要经常清理；
- (6) 使用仪器后用抹布擦拭使用过程中溅出的液滴，防止腐蚀仪器面板；
- (7) 实验室要求配备空调机、温湿度计，实验室湿度若大于 80 %，应配备除湿机。

10.2 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。
- (2) 周期性检查炬管，如果有破碎或变形，应予以更换。
- (3) 为了保证分析能力，必须保持炬管清洁，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）浸泡一夜，然后用水冲洗干净，晾干。如果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。
- (4) 定期清洗雾室，一般用水冲洗即可。也可以用稀酸浸泡后冲洗。
- (5) 查看气路接头，漏气更换。

10.3 RF 系统维护

RF 系统的保养与维护，实验员只能从使用角度来考虑。在使用过程中要按照操作规程操作，严格执行循环水使用顺序和开关时间，这样做可以保护电子管，延长电子管使用寿命。工作线圈的维护是要在高频断电的情况下进行，主要是擦拭线圈上的灰尘和污渍，保持线圈干燥。在使用过程中还要注意冷却风扇得运行情况，如果有不正常情况，立即停止使用，通知工程师更换。

10.4 辅助系统的维护

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。最好是半年更换一次。

10.5 软件系统的维护

本软件的数据是存储在方法下的，软件的维护可以从数据与分析方法的备份开始。如果数据量大的话，可以方法文件拷贝保存起来，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。

10.6 地线的维护

ICP 仪器对接地要求非常苛刻，因此需要接地良好。所以特别重要的是在干燥季节要往埋地线位置浇水，以便接地良好。

第十一章 配件清单

Plasma1000 型 ICP-AES 的主要配件清单如下表所列：

序号	物 品 名 称	单 位	数 量	备 注
1	保险丝 6A	支	10	
2	使用说明书	本	1	
3	专用工具	套	1	
4	内气路气管（白色透明）	m	10	
5	外气路气管（白色透明）	m	20	
6	水管（白色透明）	m	20	
7	减压阀	套	2	
8	接嘴	只	2	
9	旋流雾室	支	2	
10	矩管	支	2	
11	标准玻璃同心雾化器	支	2	
12	无机溶剂进样蠕动泵管（10/包）	包	2	
13	无机溶剂排液蠕动泵管（10/包）	包	2	
14	进样毛细管	根	2	
15	排液毛细管	根	2	
16	气路接头	对	5	
17	总电源电缆线（5m）	根	1	
18	电源线	根	1	
19	USB 连接线	根	1	
20	CD 光盘	片	2	
21	气路快接插头	套	1	
22	排风扇	支	1	
23	废液桶	只	1	
24	清洗瓶	只	1	
25	稳压电源	台	1	
26	电脑	台	1	
27	打印机	台	1	
28	合格证	页	1	
29	智能循环水箱	台	1	

第十二章 其他

Plasma1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪分析系统的帮助软件采用 IE 浏览器格式的 PDF 文件，容易便捷。Plasma1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪软件是纳克分析仪器有限公司开发，版权所有，翻版必究。

客服负责人：杨敬巍

联系电话：4006228866

手机：13911638383

网址：<http://www.ncschina.com>

E-mail: yangjingwei@ncschina.com

地址：北京市海淀区永丰基地丰贤中路 11 号