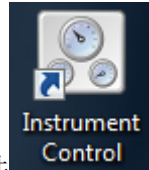


iCAP Q ICP-MS操作说明

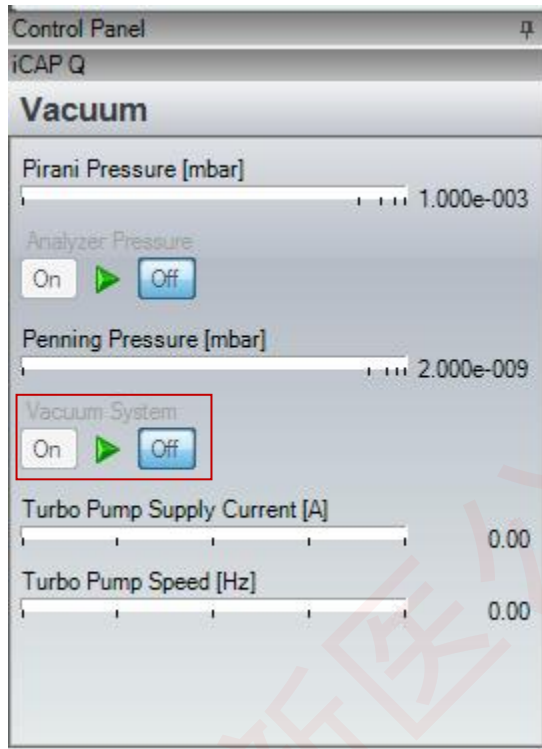
新医公卫学院

1. 仪器开机。

打开排风口（0.6mbar 左右）、氩气（减压阀 6bar）、循环水。



打开仪器主机左侧电源开关。在仪器控制软件中打开真空界面，“Vacuum System”选择“On”，等到“Turbo Pump Speed”大于 800Hz，再进行下面的操作。

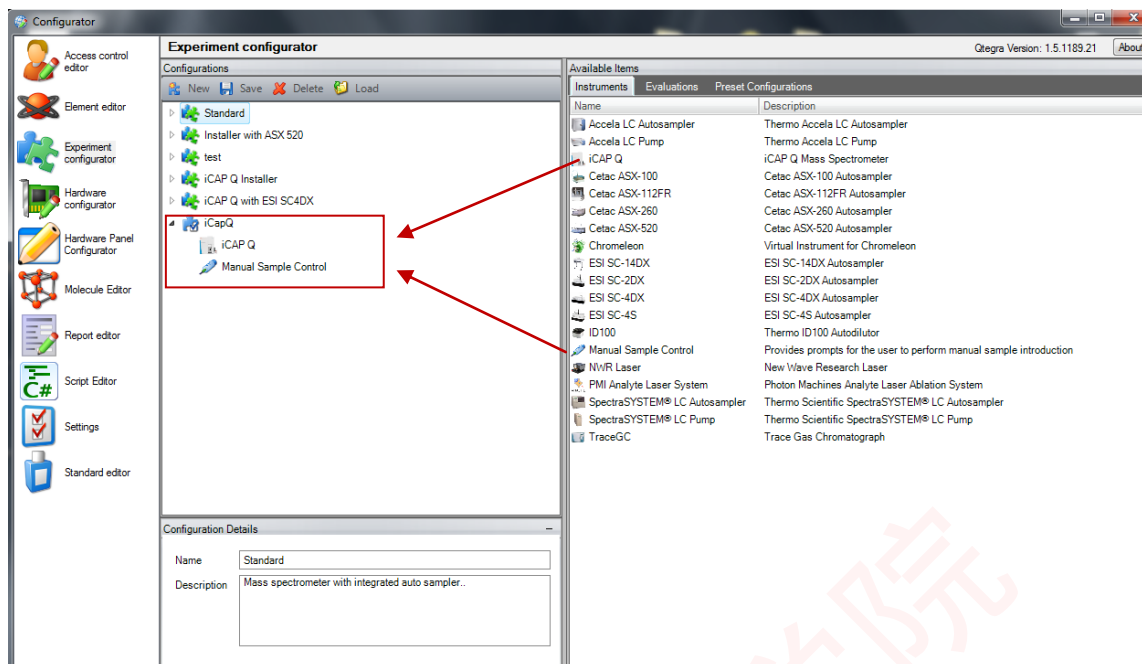


2. 设备配置。

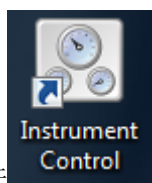


打开软件

新建配置名称，将“Available Items”中的相应配置拉至新建的名称下，保存。

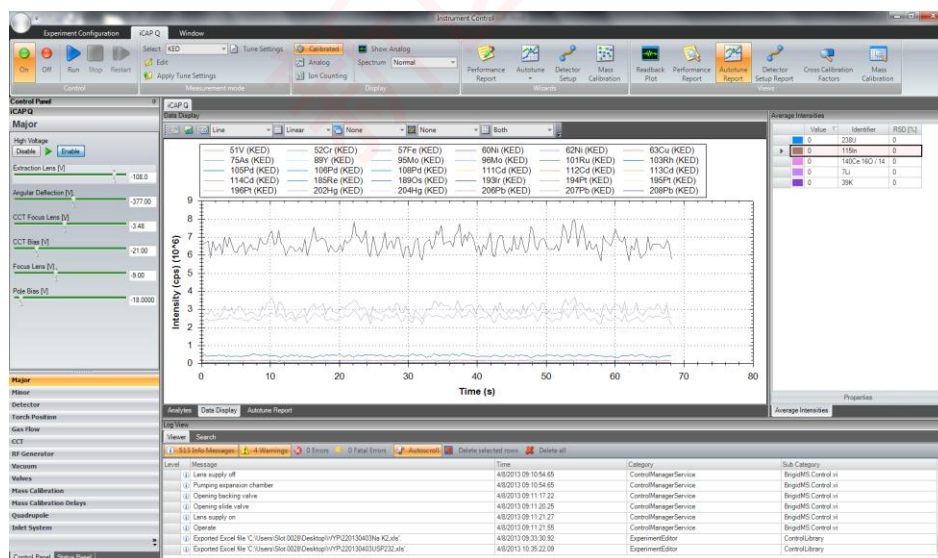


3. 仪器控制软件操作。



1) 打开软件

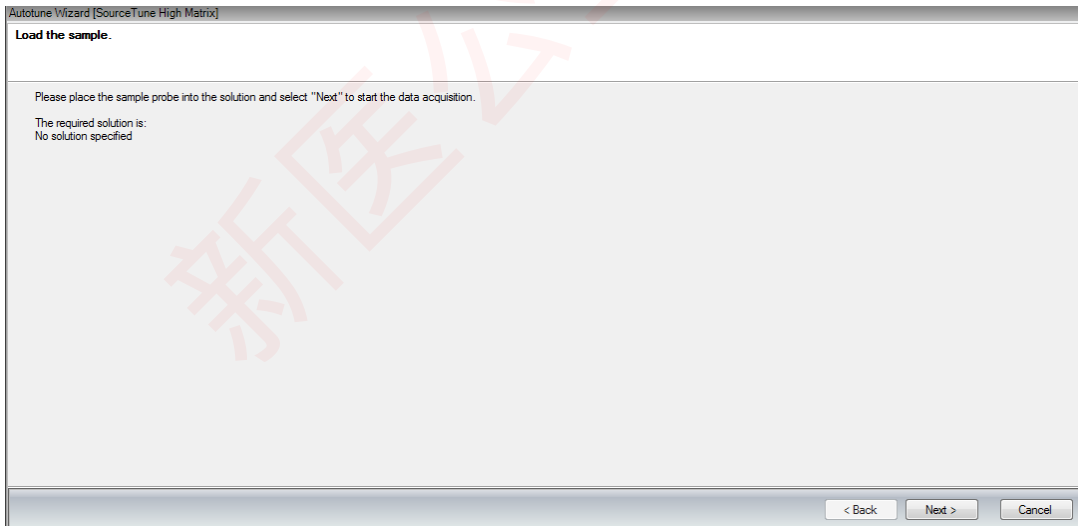
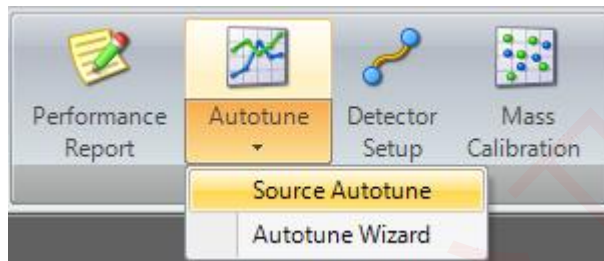
2) 观察真空状态；在“Vacuum”栏中“Penning Pressure”一般低于 $5e-007$ mbar，“Pirani Pressure”低于 $1e+002$ mbar。



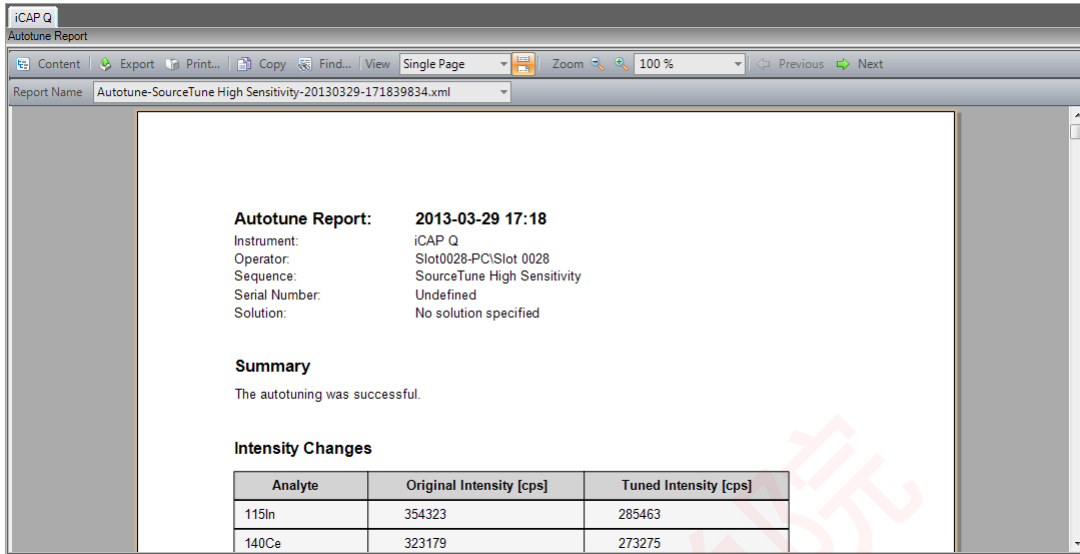
3) 点下图图标中“On”，点燃等离子体；



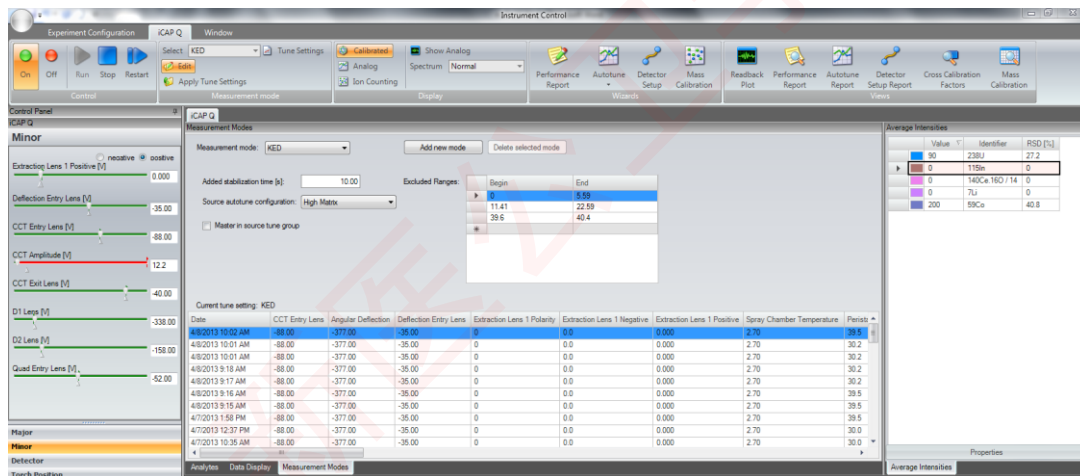
- 4) 等软件界面“LogView”中显示“Operate”状态，同时仪器面板上“System”中的蓝灯停止闪烁，仪器可进入下一步操作。
- 5) 泵入 1ppb 调谐液（含 Li、Co、In、U、Ce 等元素），选择下图中“Source Autotune”，然后进入自动调谐状态。
- 6) 自动调谐逐个调节“Nebulizer Flow”、“Torch Horizontal Position”、“Torch Vertical Position”、“Extraction Lens2”、“CCT Focus Lens”参数，一般每个参数先做“Coarse Tune”，再做“Fine Tune”。



- 7) 调谐结束后，选择“Open report”出现调谐报告，如下图所示，若调谐成功，自动保存调谐报告，若不成功则报告中提示未调谐成功项，根据提示排除问题所在，然后再进行调谐。

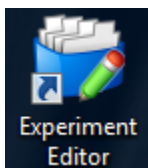


- 8) 可以根据需要调用之前的调谐参数，点击“Edit”，双击希望调用的那行参数即可。

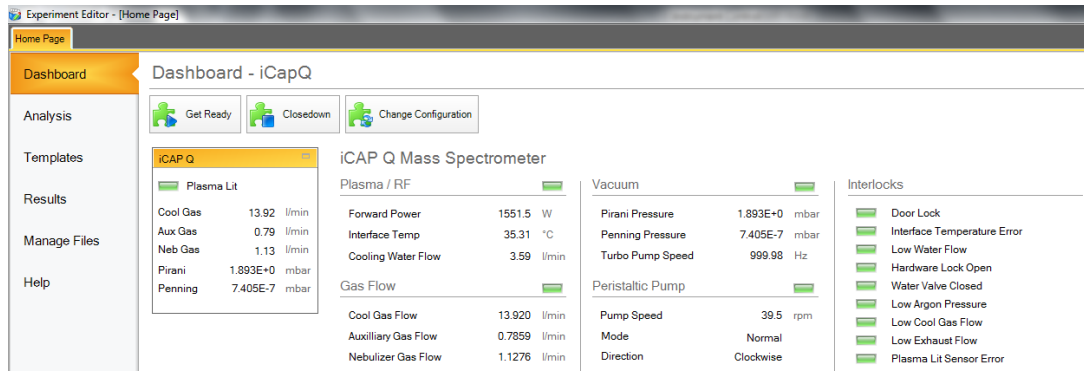


4. 实验方法编辑软件操作。

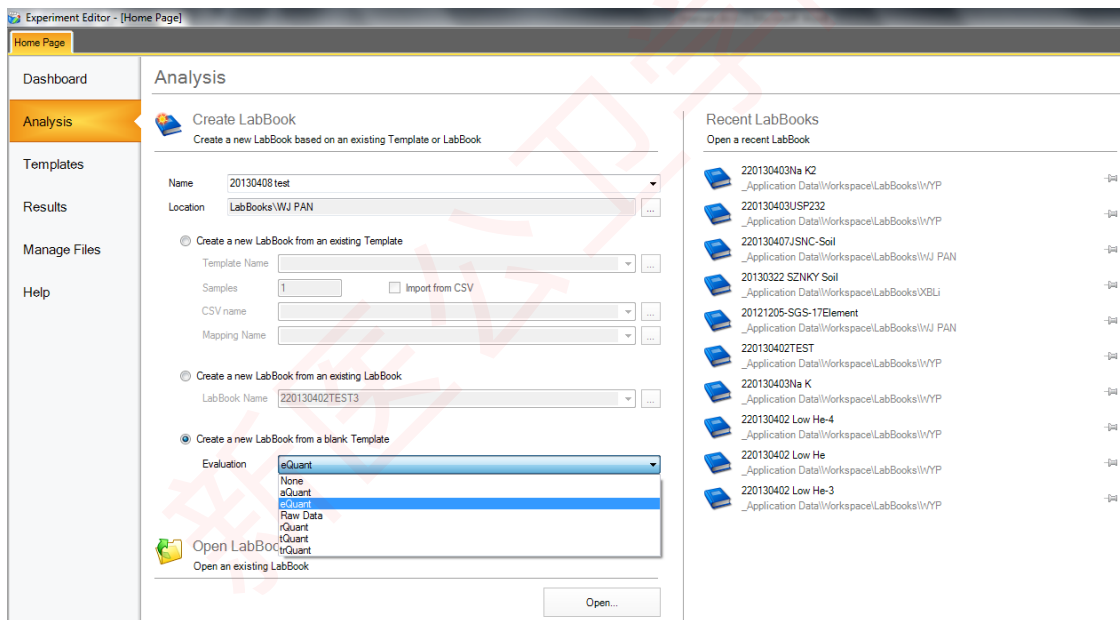
- 1) 双击打开下面图标。



- 2) 在“Dashoard”界面可以观察到仪器当前各项参数的值。

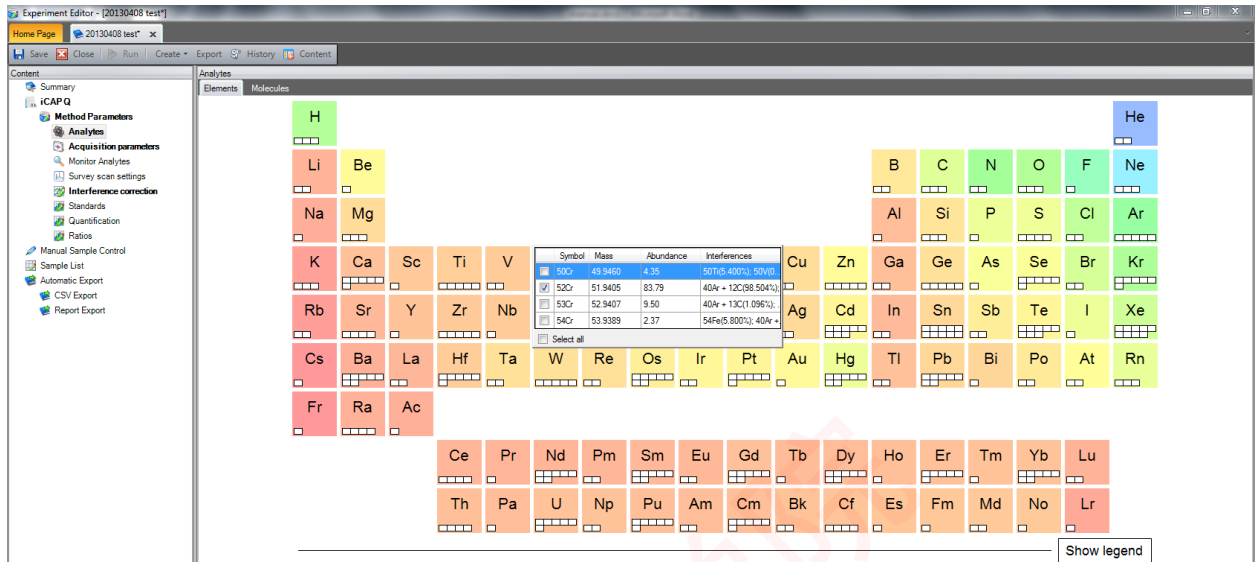


3) 在“Analysis”界面可以编辑实验方法。首先在“Name”中输入实验名称，在“Location”中输入存储位置。然后可通过从已有的模板复制(Create a new labbook from an existing Template)或从已有的方法复制(Create a new labbook from an existing labbook)来完成方法编辑，也可通过新建实验方法(Create a new labbook from a blank Template)来完成。在“Evaluation”中选择“eQuant”为常规定量方法编辑模式。点击“Create”以创建新的实验方法。

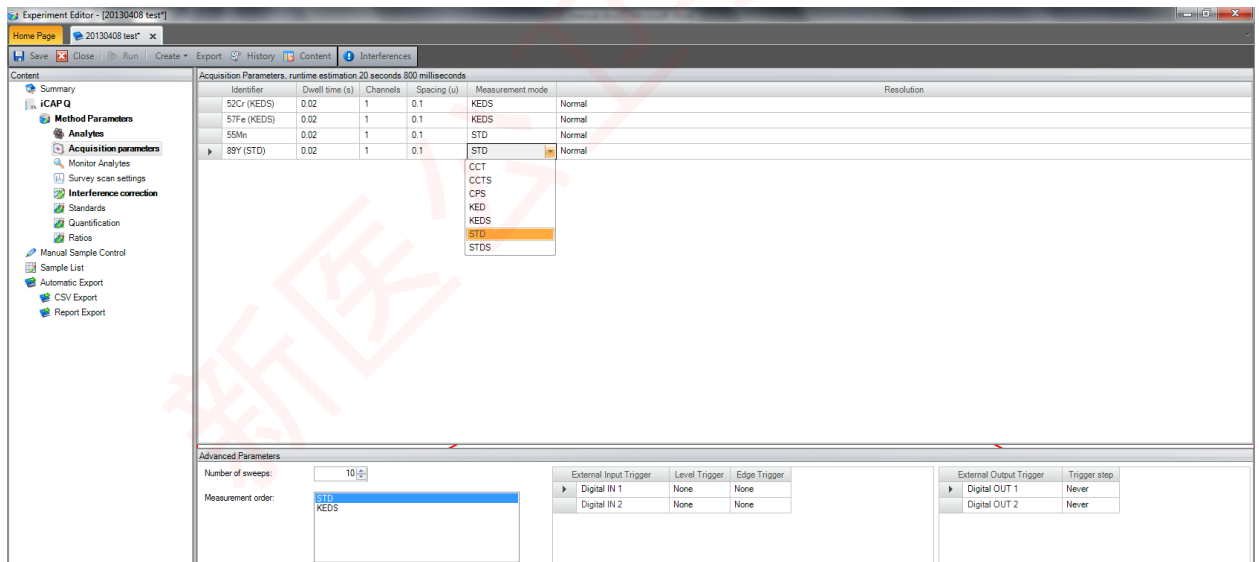


4) 下面以编辑新的实验方法为例，介绍如何设置各项参数。

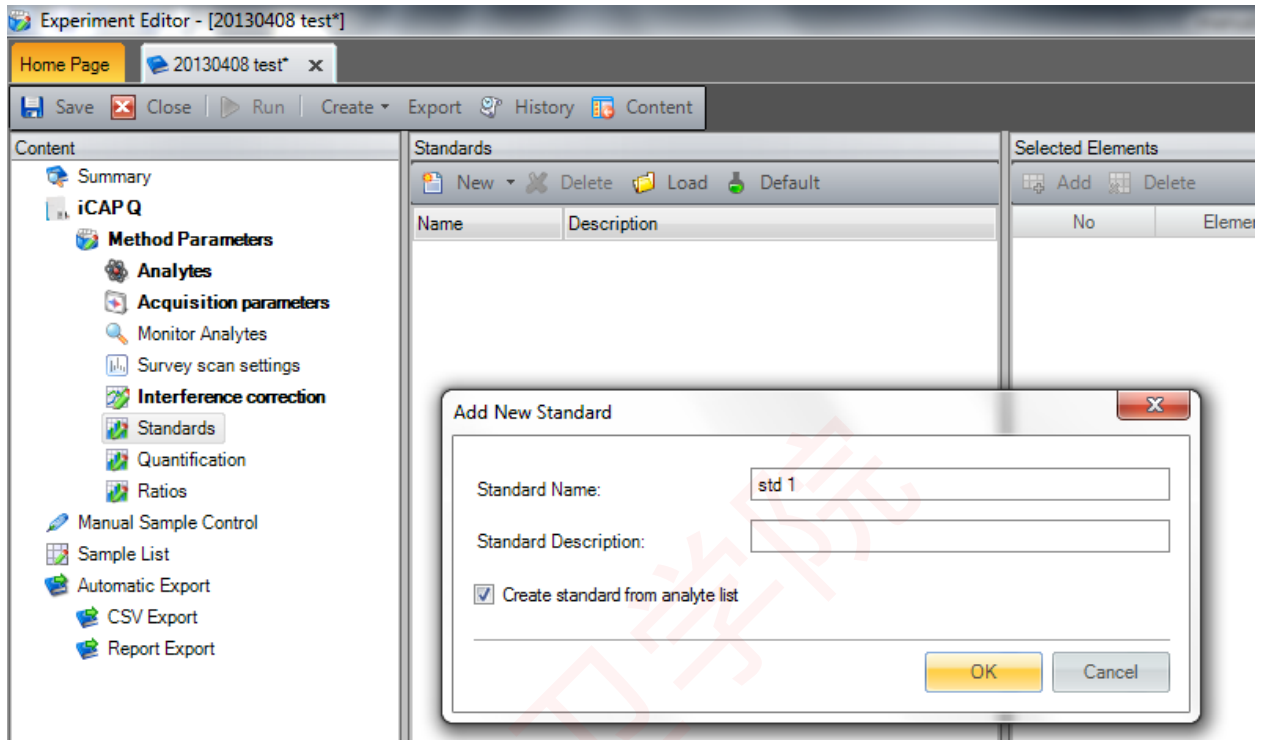
A) “Analytes” 中选择待测质量数，单击左键选择推荐质量数，也可根据需要点击右键选择其它质量数。



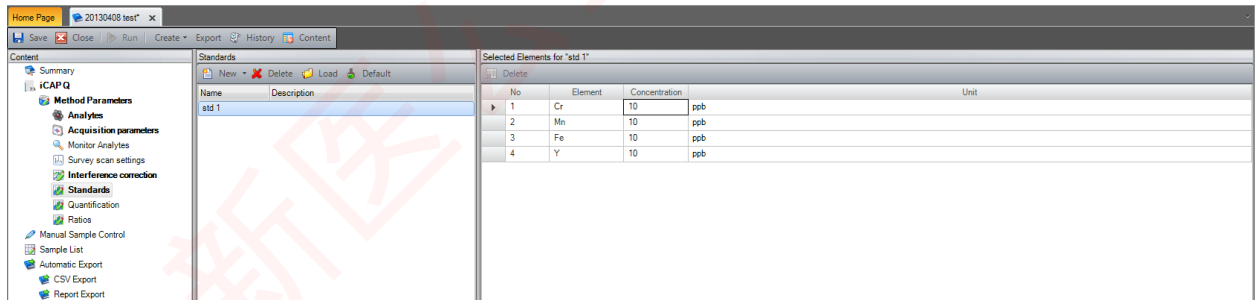
B) 在 “Acquisition parameters” 中设置所选质量数的驻留时间和分析模式等，也可以更改扫描次数 “Number of sweeps”。



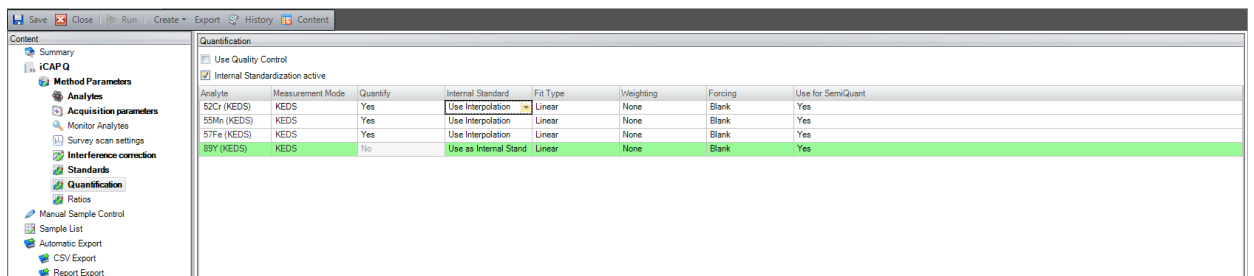
C) “Standards” 中设置校准溶液的浓度，勾选“Create standard from analyte list”复选框，即将已经选中的质量数导入。



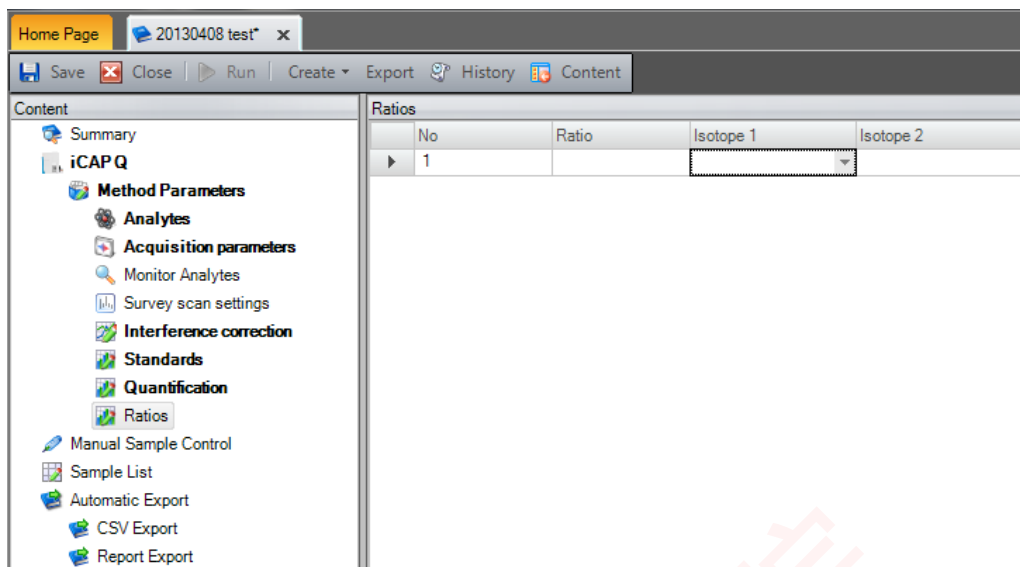
D) 在下面的界面中输入校准溶液的浓度含量及单位。



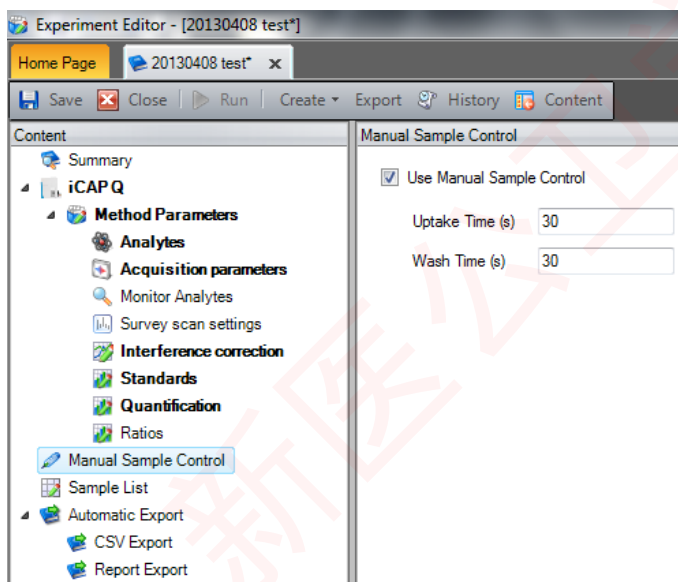
F) 若选用内标，将下图中“Quantification”界面中的“Internal Standardization active”选中，然后在复选框中选择相应质量数所用的内标，一个质量数既可以采用单个内标校正，也可以选择相邻两个内标同时校正。



G) 在“Ratios”界面可进行同位素比分析。



H) 在“Manual Sample Control”界面中可以设置样品提升时间和冲洗时间。



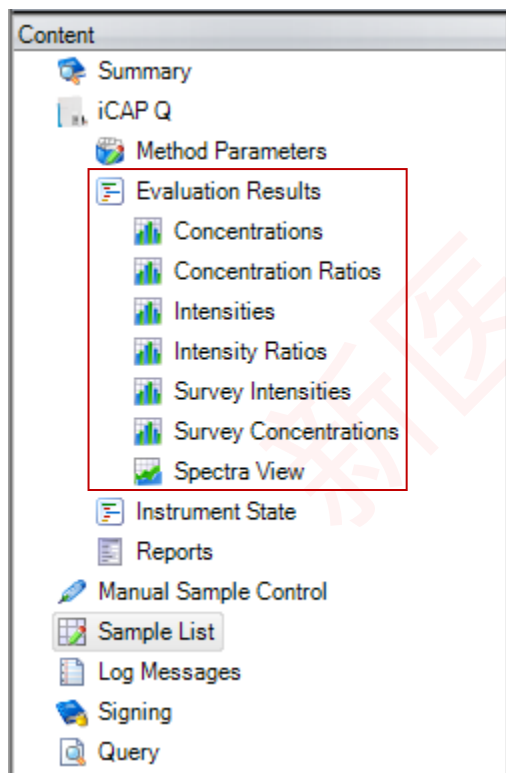
I) 在“Sample List”中输入测试样品的信息，其中“Suyvay Runs”中设置成“1”可进行半定量扫描，常规设置成“0”；“Sample Type”中设置样品类型，若为校准溶液空白则选择“BLK”，若为校准溶液则选择“STD”，若为样品则选择“UNKNOWN”；“Dilution Factor”为样品稀释倍数；“Amount”为称样量；“Final Quantity”为定容体积；“Special Blank”中可以选择试剂空白。

Samplelist estimated runtime: 7 minutes 26 seconds / 33 seconds remaining

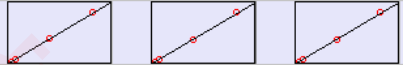
| Label | Status | Survey Runs | Main Runs | Comment | Evaluate | Sample Type | Standard | Dilution Factor | Amount | Final Quantity | Special Blank |
|------------|--------|-------------|-----------|-----------|----------|-------------|----------|-----------------|--------|----------------|---------------|
| 4 BK | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | |
| 5 BK | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | |
| 6 BK | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | |
| 7 DiH | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | |
| 8 BK | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | BLK | | | 1 | | |
| 9 71A-1 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | 71A-100 | | 100 | | |
| 10 71A-5 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | 71A-100 | | 20 | | |
| 11 71A-10 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | 71A-100 | | 10 | | |
| 12 71A-50 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | 71A-100 | | 2 | | |
| 13 71A-100 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | 71A-100 | | 1 | | |
| 14 Hg-0.5 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | Hg-2 | | 4 | | |
| 15 Hg-1 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | Hg-2 | | 2 | | |
| 16 Hg-2 | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | STD | Hg-2 | | 1 | | |
| 17 16# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | |
| 18 19# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | |
| 19 1# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 20 2# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 21 5# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 22 3# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 23 4# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 24 7# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 25 8# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 26 10# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 27 13# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 28 14# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |
| 29 15# | ● | 0 | 3 | <Comment> | ☑ | UNKNOWN | | | 1 | | 14 15: 16# |

5) 实验结果分析。

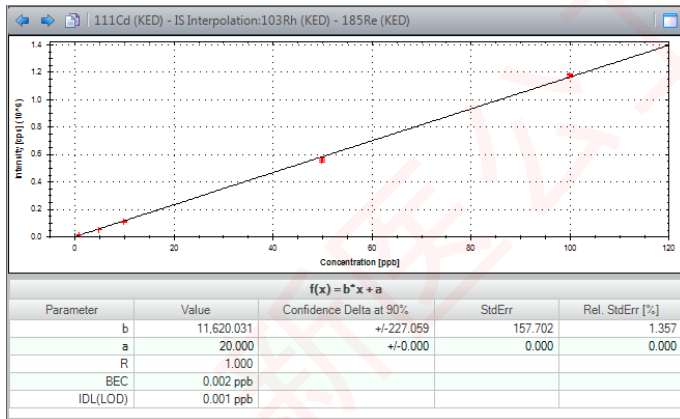
测试完成后，在“Content”中出现“Evaluation Results”、“Instrument State”“Reports”栏。



A) Concentrations: 在该栏中显示测试结果，包括校准曲线信息、内标校正回收率、测试结果等，如下图所示。

| Concentrations | | | | | | | | | |
|------------------------|---------------------|-------------|---------|---|-------------------|-------------------|-------------------|--|--|
| No | Time | Sample Type | Label | 185Re (KED) | 63Cu (KED) [ppb] | 75As (KED) [ppb] | 52Cr (KED) [ppb] | | |
| 6 | 4/7/2013 3:47:53 AM | UNKNOWN | BK | 100.4% | 0.111 | 0.013 | 0.015 | | |
| 7 | 4/7/2013 2:46:35 AM | UNKNOWN | DIW | 0.0% | Infinity | Infinity | Infinity | | |
| 8 | 4/7/2013 3:01:35 AM | BLK | | 100.0% | 0.000 | 0.000 | 0.000 | | |
| 9 | 4/7/2013 2:52:37 AM | STD | | | | | | | |
| Calibration Properties | | | | | | | | | |
| 9 | 4/7/2013 2:52:37 AM | STD | 71A-1 | 101.9% | 1.013 (1.000) | 0.982 (1.000) | 0.949 (1.000) | | |
| 10 | 4/7/2013 2:54:17 AM | STD | 71A-5 | 103.3% | 4.901 (5.000) | 4.554 (5.000) | 4.792 (5.000) | | |
| 11 | 4/7/2013 2:56:04 AM | STD | 71A-10 | 105.6% | 9.718 (10.000) | 8.966 (10.000) | 9.354 (10.000) | | |
| 12 | 4/7/2013 2:57:44 AM | STD | 71A-50 | 106.0% | 49.297 (50.000) | 47.510 (50.000) | 48.337 (50.000) | | |
| 13 | 4/7/2013 2:59:23 AM | STD | 71A-100 | 113.0% | 100.385 (100.000) | 101.371 (100.000) | 100.907 (100.000) | | |
| 14 | 4/7/2013 3:28:19 AM | STD | Hg-0.5 | 101.5% | N/A | N/A | N/A | | |
| 15 | 4/7/2013 3:31:00 AM | STD | Hg-1 | 103.2% | N/A | N/A | N/A | | |
| 16 | 4/7/2013 3:32:45 AM | STD | Hg-2 | 103.9% | N/A | N/A | N/A | | |
| Calibrations | | | | | | | | | |
| | | | |  | | | | | |
| No | Time | Sample Type | Label | 185Re (KED) | 63Cu (KED) [ppb] | 75As (KED) [ppb] | 52Cr (KED) [ppb] | | |
| 17 | 4/7/2013 2:42:45 AM | UNKNOWN | 16# | 115.8% | 0.227 | 0.043 | 0.980 | | |
| 18 | 4/7/2013 2:44:13 AM | UNKNOWN | 19# | 110.2% | 0.475 | 0.040 | 1.393 | | |
| 19 | 4/7/2013 3:49:32 AM | UNKNOWN | 1# | 100.1% | 20.394 | 9.959 | 67.959 | | |
| 20 | 4/7/2013 2:48:03 AM | UNKNOWN | 2# | 98.8% | 20.555 | 10.206 | 64.777 | | |
| 21 | 4/7/2013 2:50:17 AM | UNKNOWN | 5# | 97.5% | 20.501 | 10.418 | 66.694 | | |
| 22 | 4/7/2013 3:06:31 AM | UNKNOWN | 3# | 98.0% | 20.501 | 10.353 | 80.079 | | |

双击校准曲线小图，即可得到如下详细信息图，包括线性、BEC、IDL 等。



B) Concentration Ratios: 当测试同位素比值时可得到这一项结果。

C) Intensities: 该项显示各样品待测元素的信号强度值（包括内标），单位为 cps。

D) Intensity Ratios: 当测试同位素比值时可得到这一项结果。

E) Survey Intensities: 当做半定量扫描时显示所有扫描元素的强度信号。

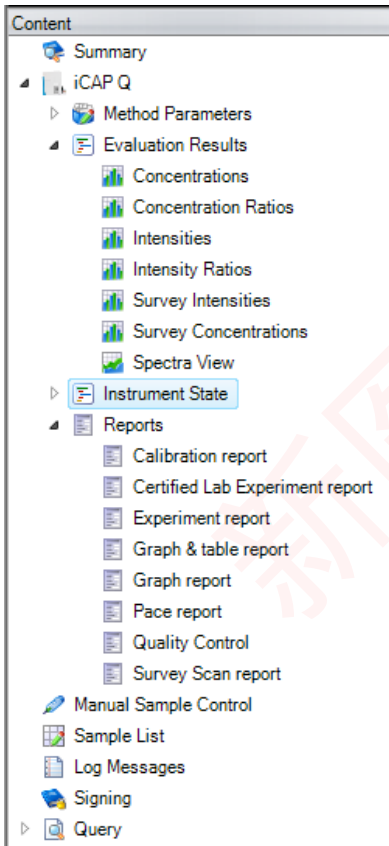
F) Survey Concentrations: 当做半定量扫描时显示所有扫描元素的含量值。

G) Spectra View: 显示各质量数的扫描谱图。

H) Instrument State: 显示每个样品测试时重要仪器参数的反馈值。

| Sample No | RF Plasma Lit | RF FET Temperature OK | Plasma Power Readback | Pole Bias | Torch Position X | Torch Position Y | Sampling Depth | Extraction Lens 1 Negative | Extraction Lens 1 |
|-----------|---------------|-----------------------|-----------------------|-----------|------------------|------------------|----------------|----------------------------|-------------------|
| 1 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -207.2 | 0.18 |
| 2 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -208.2 | 0.21 |
| 3 | 1 | 1 | 1546.7 | -18.09 | 0.86 | -0.75 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 4 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -207.2 | 0.3 |
| 5 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 6 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -208.2 | 0.21 |
| 7 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -212.1 | 0.3 |
| 8 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.28 |
| 9 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -209.2 | 0.3 |
| 10 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.86 | -0.78 | 5 | -211.1 | 0.21 |
| 11 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -207.2 | 0.21 |
| 12 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -210.2 | 0.23 |
| 13 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -209.2 | 0.3 |
| 14 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.88 | -0.77 | 5 | -210.2 | 0.28 |
| 15 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.88 | -0.77 | 5 | -207.2 | 0.18 |
| 16 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -210.2 | 0.18 |
| 17 | 1 | 1 | 1551.5 | -18.09 | 0.86 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.28 |
| 18 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -208.2 | 0.21 |
| 19 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -212.1 | 0.3 |
| 20 | 1 | 1 | 1551.5 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 21 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.88 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 22 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -212.1 | 0.25 |
| 23 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.75 | 5 | -212.1 | 0.28 |
| 24 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 25 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.88 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 26 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 27 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -211.1 | 0.28 |
| 28 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -209.2 | 0.23 |
| 29 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.78 | 5 | -209.2 | 0.25 |
| 30 | 1 | 1 | 1548.6 | -18.09 | 0.87 | -0.77 | 5 | -211.1 | 0.28 |

I) Reports: 显示工作曲线、实验条件、测试结果等不同模板的报告。

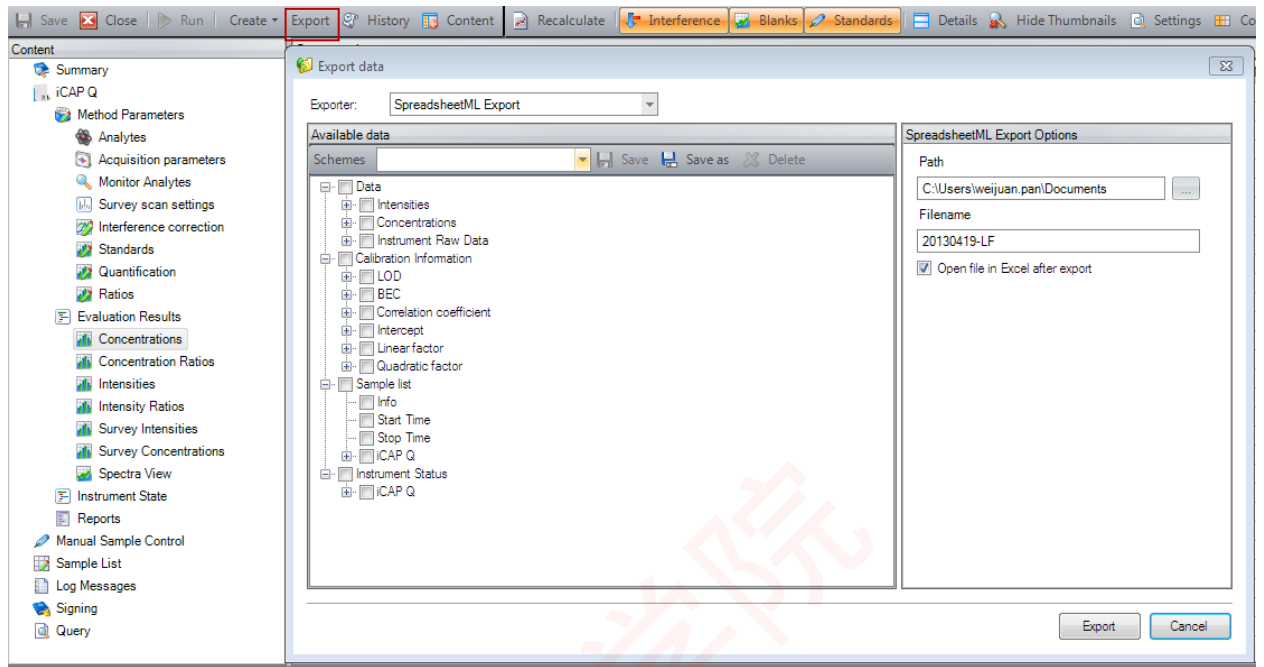


6) 菜单栏中各按钮的功能。



A) Create: 将已有 labbook 保存成 “New template” 或 “New labbook”。

B) **Export:** 根据需要将待测质量数的强度、浓度等信号输出至 excel 表格中。



C) **History:** 可列出每次更改过的方法。

D) **Content:** 是否显示左侧目录。

E) **Recalculate:** 根据设置的参数重新计算拟合结果。

F) **Interference:** 是否显示干扰校正后结果。

G) **Blanks:** 是否扣空白。

H) **Standards:** 是否采用内标校正。

I) **Details:** 是否显示校准曲线详细信息。

J) **Hide Thumbnails:** 是否显示校准曲线小图。

K) **Settings:** 设置结果显示的有效位数。

5. 关机

实验结束后，用 2%硝酸或去离子水冲洗进样系统，冲洗干净后，关闭等离子体，松开蠕动泵泵夹，关闭循环水、排风、氩气减压阀。