

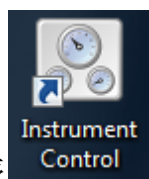
iCAP Q 简明操作规程

一、仪器的准备

1 开机(停机 Shutdown 到待机 Standby 状态)

- 1) 打开 Ar 气钢瓶的开关，分压调至 **0.6MPa** (6bar, 不能大于 0.7MPa)
- 2) 打开抽风。
- 3) 打开稳压电源开关，检查电源电压输出是否稳定和**零地电压是否小于 5V**。
- 4) 打开仪器左侧**主电源开关——ON 位置**，此时**机械泵**也会随之启动，观察前面板的三个 LED 指示灯，LED 状态如下：

指示灯	状态	信息
Power	绿色	主电源开启
	灭	主电源关闭
Vacuum	绿色	分析仪内达到高真空状态。
	红色	涡轮泵出现故障
	橙色	涡轮泵频率 >800 Hz。
	橙色闪烁	涡轮泵频率 <800 Hz。
System	灭	系统已通气
	蓝色	系统启动
	蓝色闪光	等离子体联锁被激活
	灭	系统关闭



- 5) 启动 Instrument Control 程序，检查分析室真空度，等到真空达到 **6.0E-7mbar** 以下时才能进行后续操作。

2 点火 (Standby 到 Operate 状态)

- 1) 检查 Ar 气是否足够并且已打开，调谐溶液、高纯水是否准备好。
- 2) 确认排风工作正常，风压在 0.4-0.7mbar 之间。

- 3) 打开水循环开关。
- 4) 装好蠕动泵管，压下泵管夹。
- 5) 把进样毛细管插入纯水中



- 6) 单击ON →YES，此时仪器会点燃等离子体并完成抽扩散区真空打开滑阀等一系列动作最后自动进入Operate状态。

- 7) 将进样毛细管放入1ppb Tune B Solution溶液中，数据显示界面观察Li、Co、



In、U的信号强度和稳定性是否正常。如果不满意可执行Autotune

3 仪器的校正

注意：质量校正可定期执行，检测器校正须在仪器有提示时做

- 1) 做质量校正（Mass Calibration）：将进样毛细管放入Tune B Solution中，



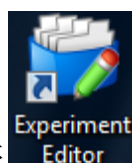
点击 Mass Calibration，进入向导界面根据提示进行操作（一般只需点击Next即可）。

- 2) 做检测器校正（Detector Cross Calibration）：确认仪器已处于最佳化，




将进样毛细管放入Setup Solution中，点击Detector Setup，进入向导界面根据提示进行操作（一般只需点击Next即可）。

二、样品分析



- 1) 启动 Qtegra Experiment Editor程序，打开或新建Labbook（见实验方法操作）。

2) 单击 LabBook 上方面板中的  按钮，LabBook 即会被发送至待测的采集序列中。

3) 单击序列面板中的  按钮以启动数据采集，根据软件提示进行样品测试。


三、 KED/CCT 模式操作

- 1) 首先将仪器在标准模式下准备好，并点火进入到Operate状态。
- 2) 打开He气钢瓶，调节分压至0.1MPa。
- 3) 样品测试模式如果选择了KED，系统会自动进行该模式的测试，步骤与STD模式相同

四、熄火（由 Operate 返回 Standby 状态）

- 1) 确认所有样品已分析完成，进样系统已用纯水冲洗5分钟以上。



- 2) 单击Off  →YES，仪器会自动执行关闭滑阀、熄火、冷却矩管等一系列动作并最终回到Standby状态。
- 3) 待仪器回到Standby状态后，关闭循环水。（如果仪器不再使用，松开蠕动泵泵管，关闭气体，注意：不要关闭排风）

五、关机（由待机Standby 到停机Shutdown状态）

注意：只有在仪器维修、维护、一个月以上不使用时才关机。

- 1) 确认仪器已在Standby状态，退出操作软件。
- 2) 关闭仪器左侧主电源开关——OFF位置（**注意：不要关闭机械泵开关，气体、排风可关闭**）

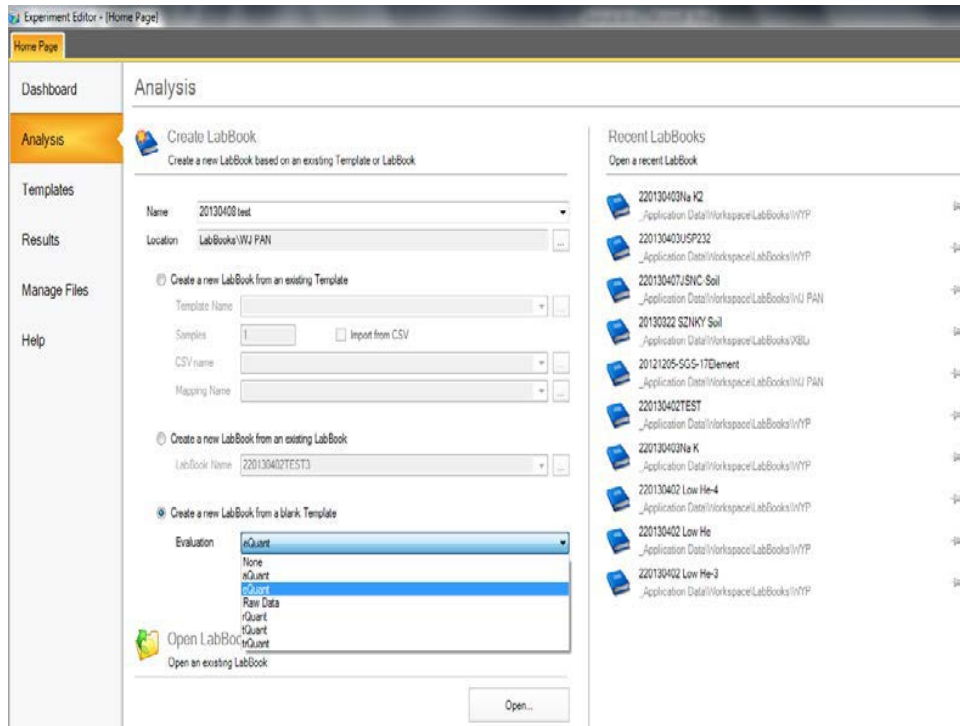
试验方法编辑操作

一、制定分析方案

- 1) 确定样品是否适合用ICP-MS分析
 - a) 固体样品 $\leq 0.01\%$
 - b) 液体样品 $\leq 1\text{ppm}$ (最好 $\leq 100\text{ppb}$)
- 2) 确定样品分解方法(溶样方法)
 - a) 尽量不用 H_2SO_4 和 H_3PO_4
 - b) 如果用HF酸的话,一定要赶尽
 - c) 尽可能用 HN0_3 或 H_2O_2 分解样品
- 3) 配制工作曲线(混标)
 - a) 浓度之间相差5—10倍
 - b) 一般用2—3点
 - c) 标准中中包含内标.
- 4) 样品准备:
 - a) 稀释到合适的倍数
 - b) 样品必须消解彻底,不能有混浊.
 - c) 样品的固体物含量 $\leq 0.1\%$
 - d) 样品当中包含内标

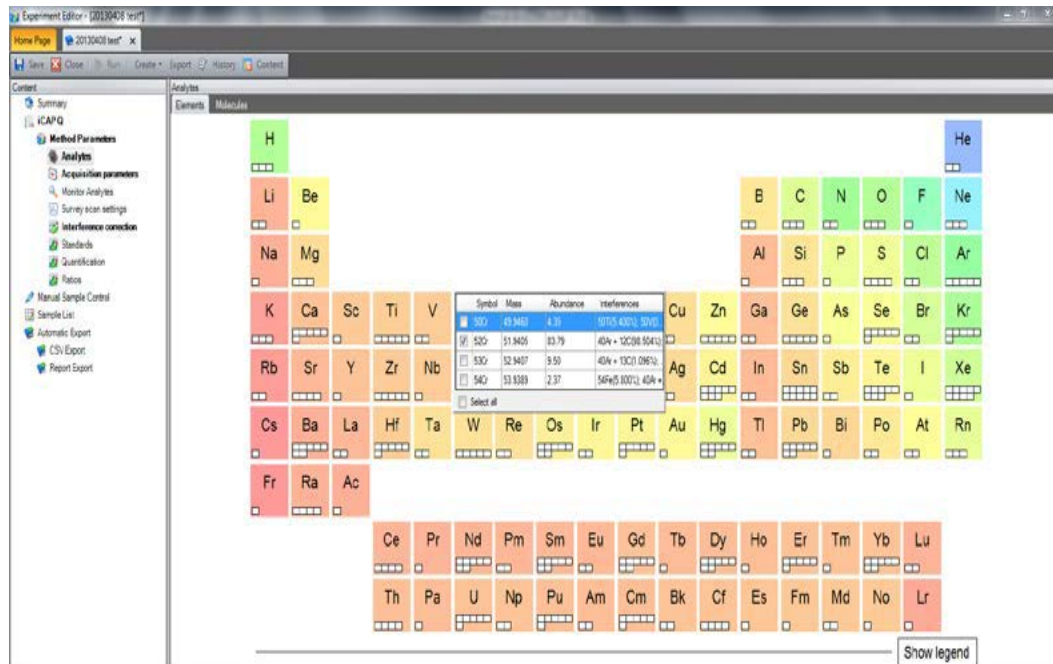
二、制定 Labbook (试验方法)

- 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”以创建新的实方。

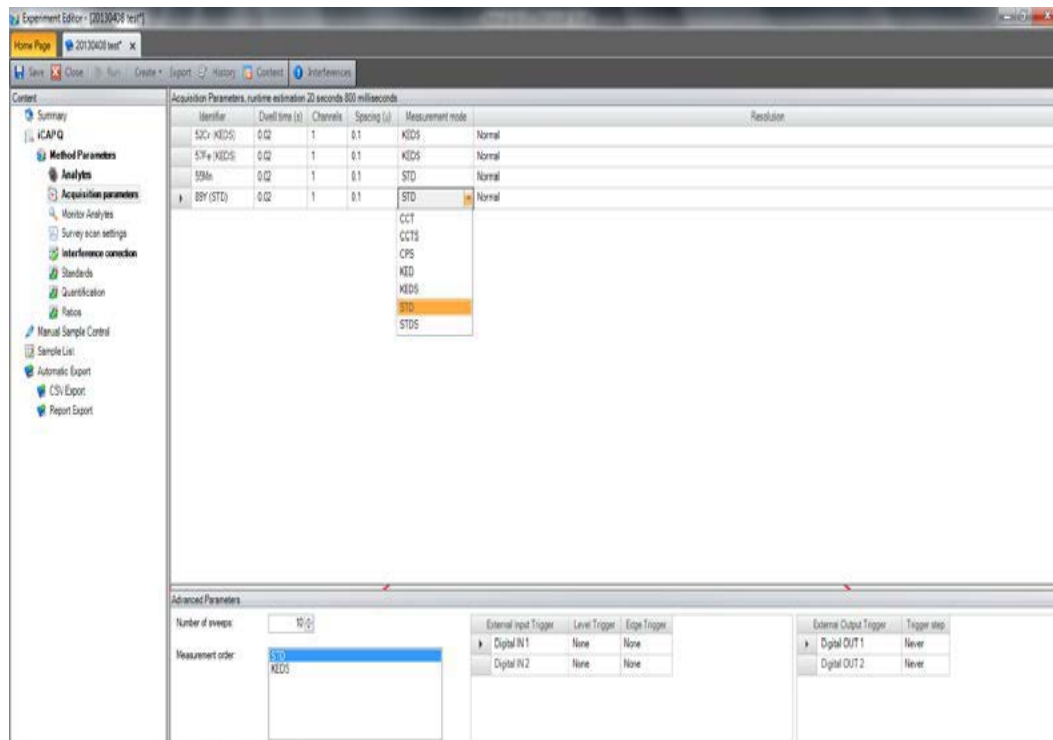


● 下面以编辑新的实验方法为例，介绍如何设置各项参数

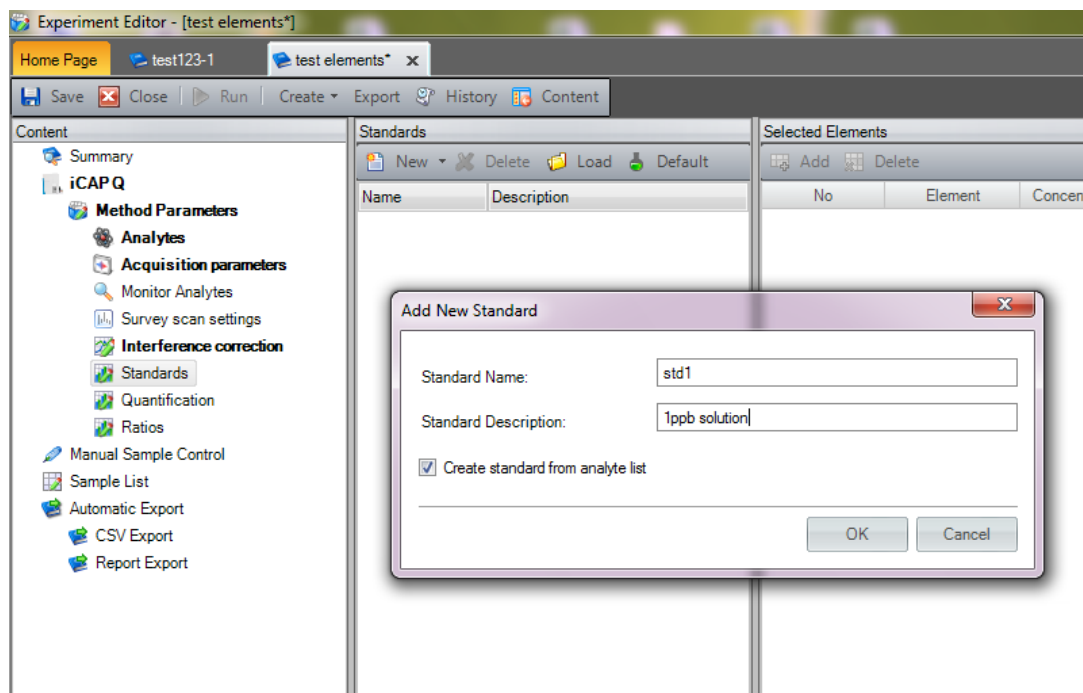
A) “Analytes” 中选择待测质量数，单击左键选择推荐质量数，也可根据需要单击右键选择其它质量数



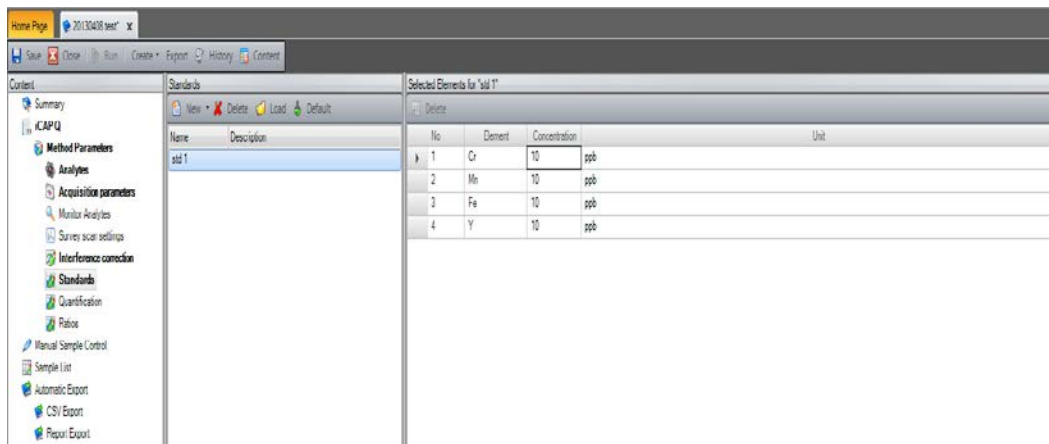
B) 在“Acquisition parameters”中设置所选质量数的驻留时间和分析模式等，也可以更改扫描次数“Number of sweeps”。



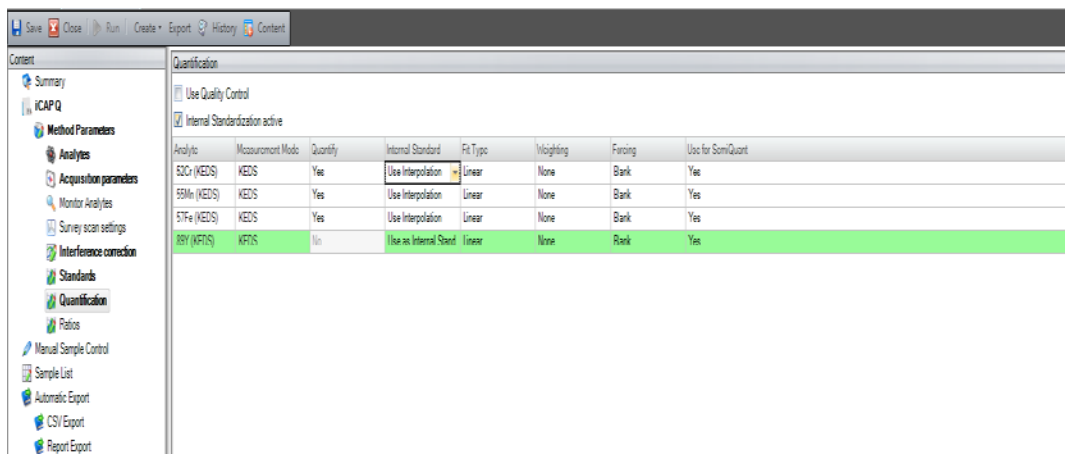
C) “Standards” 中设置校准溶液的浓度，勾选 “Create standard from analyte list ” 复选框，即将已经选中的质量数导入。



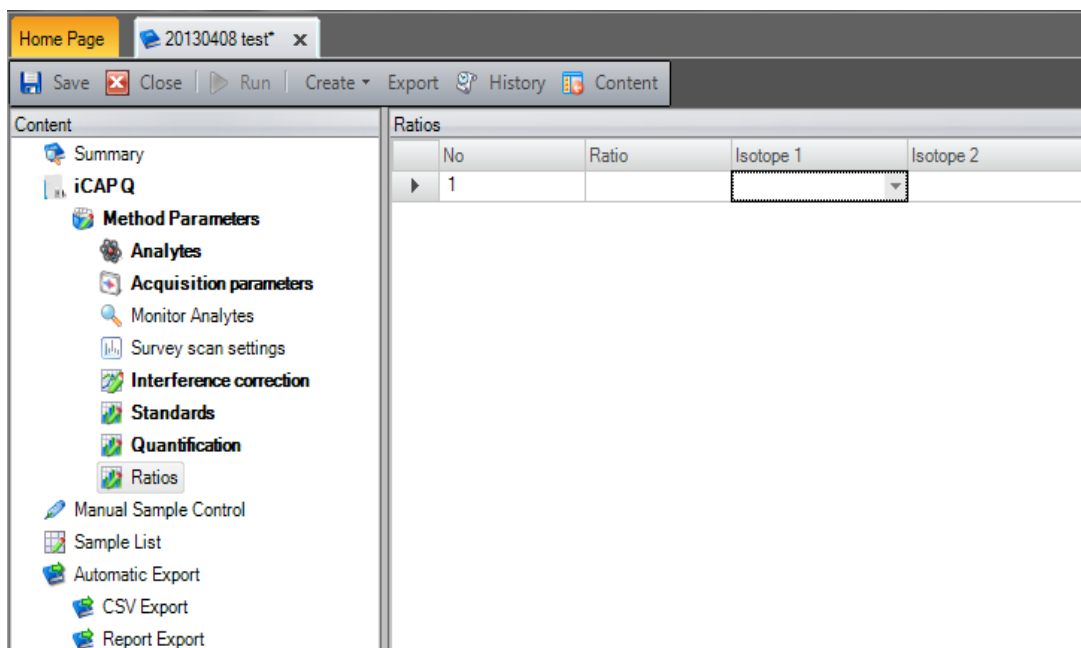
D) 在下面的界面中输入校准溶液的浓度含量及单位。



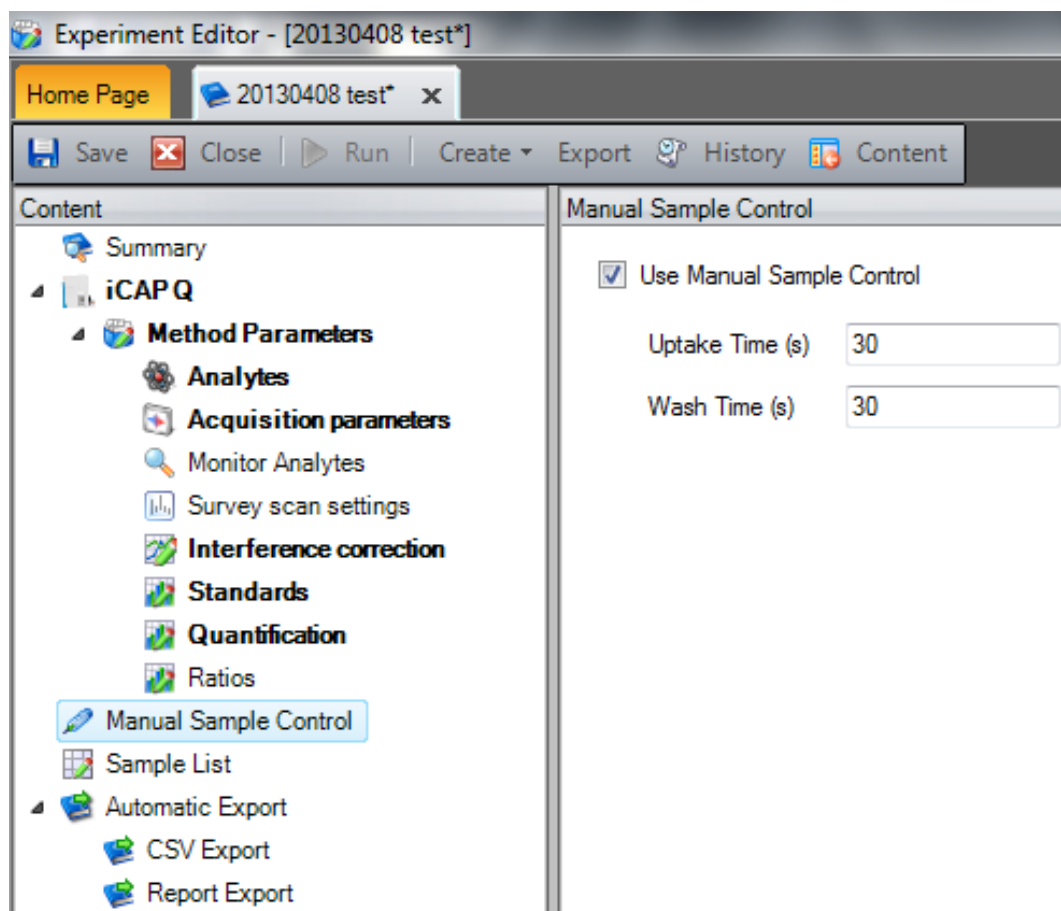
E) 若选用内标，将下图中“Quantification”界面中的“Internal Standardization active”选中，然后在复选框中选择相应质量数所用的内标，一个质量数既可以采用单个内标校正，也可以选择相邻两个内标同时校正。



E) 在“Ratios”界面可进行同位素比分析。



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



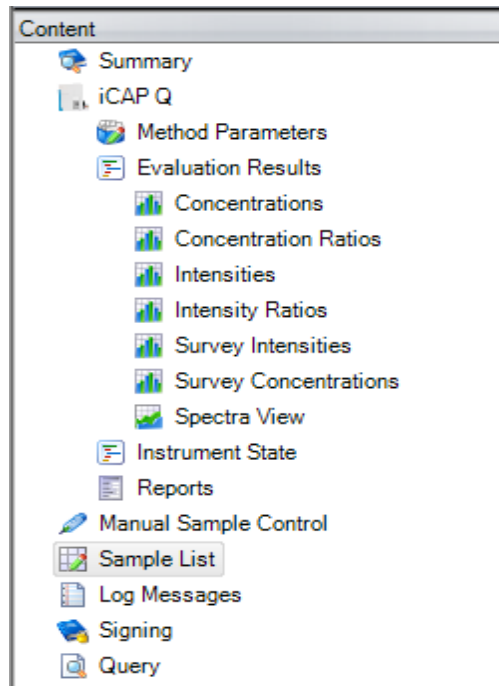
G) 在“Sample List”中输入测试样品的信息，其中“Survey Runs”中设置成“1”可进行半定量扫描，常规设置成“0”；“Sample Type”中设置样品类型，若为校准溶液空白则选择“BLK”，若为校准溶液则选择“STD”，若为样品则选择“UNKNOWN”；“Dilution Factor”为样品稀释倍数；“Amount”为称样量；“Final Quantity”为定容体积；“Special Blank”中可以选择试剂空白。

Sample list 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	Dilv	●	0	0	<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	16#	●	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#

● 实验结果分析。

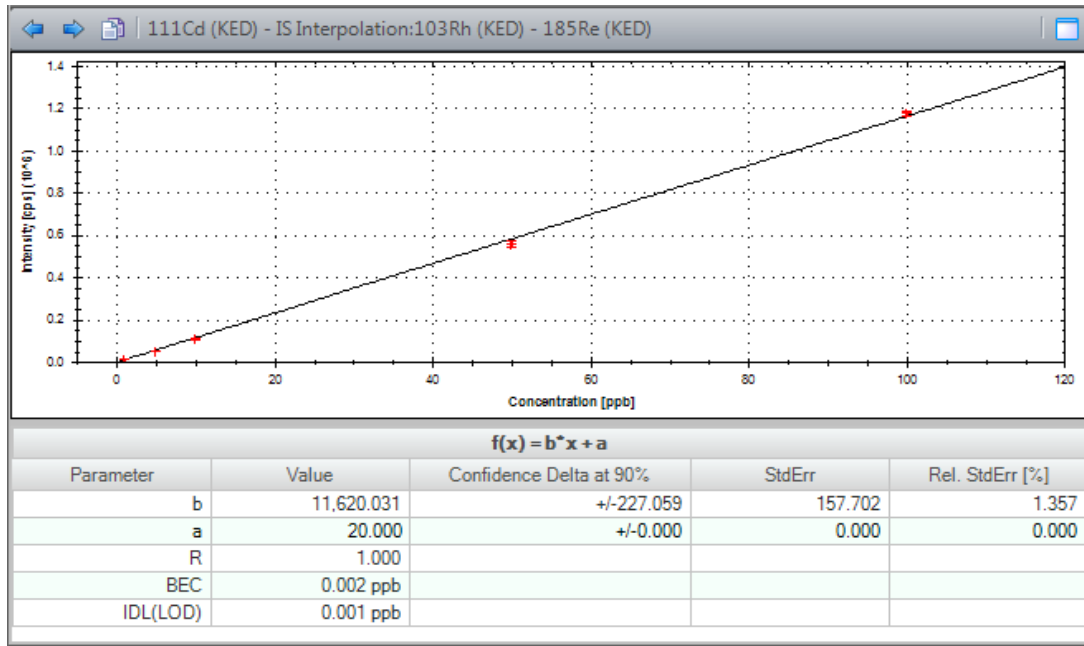
测试完成后，在“Content”中出现“Evaluation Results”、“Instrument State”“Reports”栏。



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		

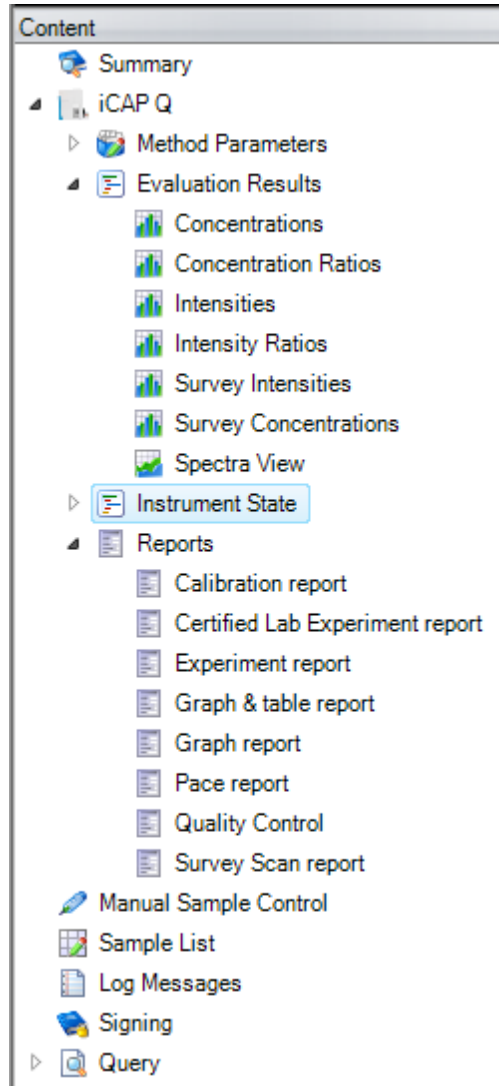
双击校准曲线小图，即可得到如下详细信息图，包括线性、BEC、IDL等。



- 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	-206.2	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	-206.2	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	0.87	-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	-206.2	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

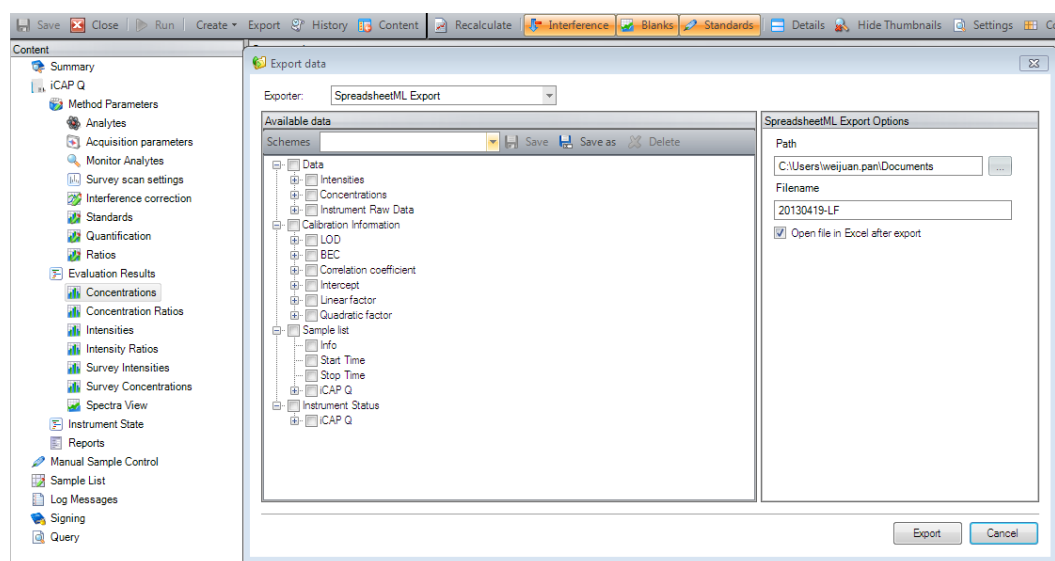
- I) Reports: 显示工作曲线、实验条件、测试结果等不同模板的报告。



● 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。