

ICP-MS 百问解答

一、请教各位检测比如检测完高浓度的 **Al** 中的杂质元素后，在做其它种类样品中的 **Al** 元素，除了更换炬管外，雾化器是否需更换？另外清洗时间大概要多久？有无其它办法？

那具体要看你的高纯度 **Al** 是怎么做的了，如果基体很高，那么记忆效应就很强烈，炬管，雾化器，都要换，离子透镜什么的可能也要洗洗，清洗时间和你的仪器有关系，交叉的比同心的洗的时间要更长。

二、我知道 **AMU** 表示峰宽和峰宽有关，可它是峰宽的单位吗？中文是什么？

峰宽的单位是原子质量单位

三、请问在使用 **ICP-MS** 做元素分析时，内标元素的浓度如何确定。一个样品中某元素要求定量分析，我们先做了一个全扫描的定量分析，发现样品中要求分析的元素含量很高，比如 **1000ppm**，此时我们做定量分析时内标用 **10ppb** 这样低的浓度可以吗？

1. 浓度应该没有硬性规定吧，但是不能太小，如果浓度太小，本身仪器的本底以及其他元素的干扰就会明显。这样在校准别的数据就不准确了。**10ppb** 如何

2. 内标主要用来校正仪器的漂移。如果其它元素对内标基本上没有同质量的干扰，我想浓度差一些没什么问题。

其次，**ICP-MS** 做痕量分析用，测量的元素浓度是有限度的，**PPM** 级以上用其它仪器能更方便的测定。

3. 我们实验室配制的多元素标准液为 **1ppb**，添加之内标浓度为 **0.5ppb**。

若待测物浓度太高可先将待测物稀释至适当浓度再添加内标进行分析，但如果稀释倍数太高，似乎添加内标就无意义

4. 仪器检测的试样浓度是有限制的，太高了需要稀释。内标我做是比检测限大，比推荐值小，只要没有什么明显的干扰就用了。

5. 加内标的浓度由仪器的内标读数的精密度决定。

四、请问 **ICP-MS** 选择是以质量数接近较好呢，还是以电离能接近较好？或者以其它做为选择依据？我用 **Sc** 做内标，发现在食品基体中，**Sc** 的计数变化非常大，是否有多原子干扰？

1. 应该选择质量数接近的吧

2. 内标主要是为了检测信号随试验条件的变化而加入的。**SC** 的计数变化大说明试验条件不一样了，**45** 质量数的干扰有

$^{12}C^{16}O^{21}H^+$, **$^{28}Si^{16}O^{1}H^+$** , **$^{29}Si^{16}O^+$** , **$^{14}N^{21}O^{1}H^+$** , **$^{13}C^{16}O^{2+}$** 的数据，应该还是选择质量数接近的元素。

五、我们用的是热电的 **ICP/MS**，可是最近铀信号稳定性总是调不到 **2%** 以下，以前我们调节信号时，是 **Be** 比较难调，现在 **Be** 挺好，可是铀又不好了，请问各位高手，这是什么原因呢？是否信号稳定性不在 **2%** 以下就不可以做实验呢？

我们调信号时一般不看 **Be**，如果 **Co, In, U** 的精密度小于 **3%** 就很好了，此时 **Be** 一般都还可以，因为在调最佳化是显示的是瞬时信号，如果能小于 **3%**，那么你分析时的 **RSD** 肯定能够小于 **1%**。

六、有谁知道做校准曲线时,对 **force through** 一项,分别在什么情况下选用 **blank**、**origin**、**none**?

1. 要看具体直线的特点了,

首先,如果标准的配制没问题,

如果空白较好,那么选择哪种方式都不重要了,

如果空白较大,那么肯定要 **through blank**, 等同于扣除空白。

由于标准配置不好,或者不准确。

有时候选择 **through origin**, 主要的原因是通过其它点拟和的直线焦距是负的或者正的很大,空白又没那么大,很可能是标准中的一部分浓度不准确,因此可以强制通过零点,减少误差,使测量结果更可信一些。

2. 如果标准溶液配置的准确,那么扣除空白后的直线肯定通过零点,实际曲线中,往往是浓度越低,曲线上的点可信度越差,我得感觉是当线性不好的时候,可以选择通过原点,这样曲线会有所改善,修正低浓度数据点的不良影响

七、仪器里有汞灯的是怎么用的,有什么作用?

校正波长用的

八、想请教一下在 **Operate** 状态下由于氩气用尽而熄火,气路不漏气,炬管也是好的,但是重新点火时,总是气路通几秒钟后仪器就会自动关闭气路, **GAS MODULE** 试了几次还是这样,该怎么办?

试一下下面的方法:

1.退出软件,关闭计算机;

2.打开氩气,调分压到 **0.6MPa**;

3.重新打开计算机,进入软件,一般可以正常(主要是错误信号没有消除).

如果还不行,尽快跟仪器厂家联系,以免耽误工作.

九、**ICP-MS** 比较快的前处理方法,环境样品?

1. 采用微波炉消解。

2. 高压微波消解系统, **MILLSTONE** 或 **CEM** 等等

3. 微波消解或酸浸取.视样品和元素而定.如果作同位素丰度,用浸取就够了.

4. 看什么环境样品了,水样用酸固定就可以了,土壤是比较 难做的,不过微波消解也可以,按照你做的元素不同有不同的速度和方法呀。

十、**ICP-MS** 在开机后真空上不去,真空显示为 **ERROR**,检查了分子泵和真空泵都没有问题的,不知道是什么原因?

1. 显示是 **error**, 那一定应该是控制和通讯的问题吧

2. 检查一下循环水是否打开,流量和水压是否正确,一般的分子泵都带有水流连锁保护功能,我们的仪器如果不开水循环,真空就不能抽上去,因为分子泵不启动.

3. 如果是热电的 **X7** 系列通讯出了问题,你可以点击 **windows** 任务栏下一个齿轮图标,找到连接那,先断开再连接,或是重启机子.

4. 温差有没有设定好呢,环境的温度也有关系哦

5. 也有可能是泵的问题

十一、最近我用的 **ELAN6000 ICP-MS** 本底很高, **PB** 有 **10ppb** 的计数, **Ni** 也很高。已经

换了进样锥了，炬管也拆下洗过，雾化室也冲过，可计数就是下不来。进样的时候高，不进样会低下来，应该不是气的干扰吧。进样的水应该没问题，

1. 建议重新优化仪器。
2. 检查一下仪器的分辨率，一般10%峰高处的宽度应为0.75 AMU 左右，如果太宽有可能是干扰，另外检查 MASS 220 处的背景，这个地方应该是仪器背景，如果高于10 CPS，估计是电子系统的噪音，我用的是热电的 PQ 系列，可能有所不同，供参考。
3. 大概还是雾化器没洗干净。

十二、样品测量类型下面有 blank ; Fully quant standard;instrument setup;unkown;QC sample ; addition standard;zero addition standard;几个类型，我平常只用 blank ; Fully quant standard;unkown 三个类型的。问：其他几个类型都是在检测什么的时候才使用的？注：所用仪器是 element X 系列的

blank ;

空白

Fully quant standard;

常规地定量分析标准

instrument setup;

校准仪器时使用。

unkown;

未知待测样品

QC sample ;

质控样品，分析中穿插测量

addition standard;

标准加入样品

zero addition standard;

零标准加入样品

十三、质谱数据处理峰高法和峰面积法有什么区别？两种方法各适用于哪类分析？

对于我用的热电 x-7 这台仪器，有两种不同的测量方法：

跳峰：从一个质朴峰的峰尖直接跳到另外一个峰尖测量，每个峰尖只取少量的点进行测量。

测量结果为几点峰值的平均数 (cps)

跳峰方式用于元素含量定量测量。

扫描：在设定区域内固定间隔，每个点计数，最后可以计算出每个峰所有点平均值(cps)，等同于峰面积（因为峰宽一致）。

扫描方式用于定性分析较多（对样品不了解），灵敏度差

十四、炬管用多久应该更换？炬管与锥有什么关系？

1. 正常情况下，一年应该没问题的，不过你得时常注意你的锥哦！
2. 锥孔处很容易积盐份的，时间一长影响分析的稳定性和仪器的灵敏度

十五、请问怎样降低 ICP-MS 雾化器流速而又对其灵敏度影响较小？怎样减小其背景值？

1. 可以更换的流量的雾化器
2. 雾化器流速受控于蠕动泵转速，你可以降低蠕动泵的转速试试。
3. 雾化效率对灵敏度有很大影响，但雾化器流速对灵敏度影响不大。

4. 背景值与仪器的噪音、实验用去离子水以及离子检测器灵敏度有关。想降低背景值，主要还是用合格的去离子水比较有效。经常合理清洗进样管道，即开机和关机时用去离子水清洗好再关机和实验。尽量要避免过高浓度的样品进入，这样会给仪器造成不必要的污染、降低检测器的寿命。
5. 选择低流量高效雾化器可以在减少进样量的情况下不影响灵敏度。背景值与仪器的离子光学系统及四极杆、检测器还有信号处理有关，背景值与空白值不是同一个概念。
6. 不妨加酒精试试。ICP-AES 好用。
7. 调节蠕动泵

十六、什么是 ICP-MS?

1. ICP-MS 是电感耦合等离子体—质谱的意思。
2. ICP-MS 其英文全称是: inductively coupled plasma-mass spectrometry .

十七、ICP-MS 基体问题是怎么一回事呢?

1. 基体干扰主要是样品中某些不像测量的元素对测量结果的影响。
常见的比如，同样质量数的不同元素对测量结果的影响，测量溶液中的其他集体成分对被检测离子强度的抑制，等等
2. 大白话：基体就是分析铝中杂质，此时铝就是基体。

十八、内标的作用?

用来校正响应信号的变化包括基体效应和仪器的漂移.基体效应又包括传输效应雾化效应电离效应和空间的电荷效应

十九、ICP-MS 的分类?

总结了一下，目前市面上成熟的 ICP-MS 主要有以下几类：

- 1、四级杆作为质量分辨器的 ICP-MS，主要厂家有 AGILENT，TJA，PE，以及 VARIAN 公司新推出的 ULTRAMASS，岛津公司等。
- 2、以四级杆和磁场的高分辨 ICP-MS，主要厂家有 FINNIGAN、以及 NU 新出的仪器。
- 3、多接受 ICP-MS，主要用于地质和核工业应用，测量同位素之间的精确比值。主要有 GV (MICROMASS)、FINNIGAN、NU 三家
- 4、以其他方式作为质量分辨器的 ICP-MS，比如照生公司的 TOF-ICP-MS，日立公司的离子阱 ICP-MS 等。

二十、什么是内标校正法?

用一个元素作为参考点对另外一个元素进行校准或校正的方法叫内标校正法。
可用于以下目的：

- 1 监测和校正信号的短期漂移
- 2 监测和校正信号的长期漂移
- 3 对第二元素进行校正
- 4 校正一般的基体效应

二十一、为何在熄火时分子泵有时会停,是否因为 Ar 气的压力过大造成的?

1. 我想可能是仪器自动保护控制的吧
2. 正常熄火时不应该停 从 analysis 到 stand by 机械泵和涡轮泵是不会停的

3. 真空系统需要维护了
4. 可能是滑动阀关闭时动作太慢而引起的,或是哪里漏气,我们曾经出现过,在厂家工程师电话指导下自己弄好了.
5. 应该清洗真空锥了

二十二、激光烧蚀 ICP-MS 做表面分析。哪位大虾用过,指点一下?

ICP-MS 采用时间分辨分析模式,有与样品基体匹配的标样就可以做。

二十三、ICP-MS 中谈到的 Plasmalok™ 专利技术,消除锥口二次电弧放电是怎么回事?

在李冰老师翻译的<<等离子体质谱手册>>中有介绍,一般的 ICP-MS 的 ICP 的 RF 的工作线圈是靠近锥的一端是接地的,另一端是大功率的 RF,而 Plasmalok 是工作线圈的中间接地,两头一边是+RF,另一边是-RF,它的好处是等离子体电位比较低,但是也有缺点,那就是由于线圈靠近锥的部分仍有高压,而锥是接地的,因而两者之间容易引起放电,我见过 PE 的用户的线圈,靠近锥的一端是黑的,另一端是紫铜的颜色,现在热电和 Agilent 在工作线圈和炬管之间加了一个金属屏蔽圈,并且使其接第,也是为了降低等离子体电位,并且不会引起放电,我们的仪器就是这种方式.

二十四、是否可以用来分析钼原矿及尾矿中钼的含量?

1. 不可以,因为钼太高了
2. 不可以,因质谱仪器适合测量痕量组分,高含量可使雾化及四极杆等整个系统污染,造成测量空白太高,以后无法使用。
3. 过分地稀释也可以测量,但无法满足测试质量要求的需要。

二十五、我用的是 ICP-IES 做土壤中金属的含量。预处理我是用热电的微波消解仪,我先是把土壤风干,然后用磨成粉,再过筛,最后大约称取 0.2g 左右,消解后无固体,但是检测结果两个平行样很差,相对偏差有时候有 200%。

1. 如果所有的元素含量都不好那说明是制样或消解过程有问题,如果个别的如铁的可能是污染引起的
2. 可能是样品不均匀
3. 我做过,用 100 目的土壤称取 0.25XXg,微波消解平行性非常好.但不同的批次之间有差别,要很仔细才能做到重现性很好.
4. 微波消解很可能不平行,不知道具体那些元素不好,是全部偏离还是部分偏离

二十六、我用 ICP-MS 测食品样品效果不好,怎样才能很好的应用?测食品样品中砷、铅、镉、铜、硒等,他们之间有互相干扰么?

1. 砷\硒要用 CCT(或 DRC)吧?另外样品制备也比较讲究.
2. 你的标准曲线如何(r 值)?如果样品中 Cu 的含量比较高,你可以考虑 Cu65 测量.As 应该考虑 ArCl75 的干扰,最好用 CCT(或 DRC).另外在样品消化过程中 Se 容易跑.
3. As75 要注意 ArCl 的干扰,如果 CL 很高的话用数学校正发比较困难.
4. Se82 灵敏度较低,As75 有干扰,7500a 没有碰撞反应池,这俩元素不好测,你们有原子荧光吗?用它测这俩元素估计更好些,其他元素应该没问题.
5. 样品处理时用微波消解器,硝酸加过氧化氢,高压下消解.Se 和 As 最好用氢化物发生器进样-ICPAES 或 AFS 作.ICP-MS 作这两个东东很烦

二十七、一般资料中都说不能在 Cl 含量高溶液中测 As，但我做过紫菜中的 As，稀释 50 倍测定的结果和稀释前完全吻合，用标准加入法测定也是一样的结果，但结果与 AFS 的差很大，有没有大虾能解决这个问题。Cl 的浓度要多大时才会对测定有影响

1. 稀释在这里应该没有作用的。因为 Cl 和 As 同步稀释。如果写了校正方程，Cl 干扰应该可以被校正。建议估计一下紫菜中氯含量，配置相当浓度的盐酸溶液（无砷），看看在 75 有多少计数，相当多少量的砷，就可以估计出 Cl 的影响了
2. 还可以采用 CCT 技术来消除 CL 的干扰，很灵的.CCT 是碰撞池技术。是引入 He、H₂ 等混合气，消除在 ICP-MS 测定 As-75，Se-80 等时由于 ArCl-75，Ar₂-80 的多原子干扰。
3. ArCl 干扰呀。用动态反映池可以消除。一般采用硝酸体系，尽量避免盐酸体系。紫菜中的 As，你做的是总量，可以用溶剂萃取，做进一步的形态分析。紫菜中的 As 含量还是很高的。

二十八、在使用 HF 溶样的情况下能否测量其中的痕量硅？比如说氧化钽

1. 比较难，如果使用高纯氢，并且溶样时不用硝酸，可能好一些。
2. 第一,测 Si 时溶样加 HF 一定要小心 Si 形成 SiF₄ 跑了;
第二,尽量避免加 HNO₃,N 有干扰.
第三,试试用碱熔.
3. 推荐使用偏硼酸锂
4. 碱熔空白较高，可用 H F 溶解，水浴低温下加热，别超过 60 度。
5. 你作的是半导体吧，这个要求就高了，用半导体级别的硝酸和氢氟酸体系可以解决问题，都不是难容的东西，但是你的仪器要用聚四氟乙烯的体系，应该配备了专业的氢氟酸体系吧。若用碰撞池作低含量的硅没有问题，高含量的硅不带 ORS 的仪器也可作

二十九、ICP-MS 做 Hg 时系统清洗有什么好办法吗？

1. 在清洗液中加点金(Au)的化合物, Au 与 Hg 易结合形成络合物.
2. 一般的浓度是 10PPM，这样就能比较好的清洗 Hg 的残留了
3. 用 ICP-MS 作汞最好不要作高浓度的，汞容易挥发，倒出跑!一般作<20ppb 的比较好操作
4. 我现在用 0.1%巯基乙醇
5. 用金溶液是经验溶液，效果比较好

三十、采用等离子体质谱测定地球化学样品中银时，重现性非常差，难以报出正确结果，请教哪位老师有好的解决方法？

1. 一、是你消解的问题，和采样的问题，
二、先用同一溶液测定几次看重现性如何，
三、若是样品一会高银一会低银，那一定测不准，因为银的记忆效应不容易去掉，
好好清洗吧～～～
2. 银的标准溶液不能放置时间过长，地球化学样品银的测定主要是干扰问题

三十一、在 ICP-MS 的日常维护中除了清洗锥和雾化器还有什么东西要注意的，清洗的时间隔多长？我今天换了个新锥，做完以后清洗时发现样品锥和截取锥上都有一层蓝色的东西洗不掉，请问有什么办法吗

1. 用抛光氧化铝粉擦
2. 可以用幼砂纸打磨

3. 危险，还是要厂家自己处理的好，PT 锥和 NI 锥都应该有此服务的。该换的时候还是应该换的。
4. 以 5%硝酸清洗即可
5. 可以用镜面砂纸打磨呀，没问题的，但我觉得不能用酸洗，尤其是镍锥，洗过之后，表面发钨，很难擦的
6. 可以用稀硝酸超声清洗,具体可以看说明书。我看说明书上没有打磨的建议，维修工程师也不建议这样做。
7. 我的意见是用抛光氧化铝粉擦，不过用镜相砂纸（很细的一种）打磨也可以。
8. 最重要外边都不要紧 锥口不要造成磨损，不然影响仪器正常使用，而且下次会很快富集
9. 不同公司的仪器的维护方法不同。一般在 5%的 HNO₃ 中浸泡 5 分钟即可。有些仪器在两个锥后面有-100V 到-4000V 的提取电压，锥上的沾污会被提取电压拉入质谱仪中，所以需要清洗彻底一些，比如氧化铝粉擦亮。或者浸泡过夜。有什么问题最好直接问仪器厂家。不同仪器维护方法不同，不能通用，否则可能会对锥造成损坏。如果用氧化铝粉擦拭时尤其要注意锥口的里面。
10. 5%硝酸洗，或者浸泡，注意时间要短！
11. 用脱脂棉蘸氧化铝粉擦拭
12. 可以用醋酸试一试。我们都是这么洗得
13. 建议还是用硝酸洗,用铝粉虽然洗的很干净,但是 Al 的背景很难做下来,而且这样比较耗费仪器器件。
14. 最好少洗锥，否则你要调节离子透镜好长时间，稳定达到新平衡好长时间
15. 同意用氧化铝

三十二、ICP-MS 的循环冷却水可以用离子交换水吗？

1. 最好是蒸馏水。
2. 蒸馏水或去离子水应该都可以，关键要水的质量好就行。
3. 蒸馏水或去离子水应该都可以，关键要水的质量好就行。
4. 用蒸馏水的目的除了考虑微生物外，还因为有的离子交换水仅使用阴阳树脂进行去离子处理，过滤效果较差，很易产生悬浮物沉积。
5. 蒸馏水或二次水即可，每箱加一瓶异丙醇 还有一点，留意一下水箱内的水界面，及时添加防止水过少，循环冷却效率受影响哟。至于什么时候更换，也可以用胶管抽一些出来如果呈淡绿色那肯定是该换了

三十三、ICP-MS 测 Ni，最近在做样品时发现测 Ni 时空白记数很高，测量过程中会慢慢降低的问题。一般要烧 1-2h 左右才能稳定，下次测量还是同样的问题。先是估计进样和取样的锥用的时间太长了，换过锥后不久，问题依旧

1. 如果样品中有 Fe,Ca 可能会有干扰.你试下多做原子量 60 和 59 的 Ni
2. 选一个本底低的谱线
3. 做低含量 Ni 最好用 Pt 锥。
4. 有可能是采样锥锥口老化了，最简单的办法，换套新锥试试
5. 测低量的调高灵敏度是一个办法，若不是，你测的是什么基体？一般新锥的锥口也需要稳定，高灵敏度唯一的缺点就是太消耗仪器。
6. 把四极杆清洗一下，就什么事都没有了。
7. 是不是系统被粘污了，（包括雾化系统以及四极杆等）。首先更换雾化系统及炬管，如果问题，那问题可能在四极杆系统了。如果不清洗，在不测高含量镍的情况下，至少半年以上

能得到改善！

8. Fe 有一个原子量 57.9 的同位素，CaO 的也是 58 所以会对 Ni57.9 有影响

9. 用碰撞池 He 模式，测 ^{58}Ni ，可以很好地消除 $^{40}\text{Ar}^{18}\text{O}$ 、 $^{40}\text{Ca}^{18}\text{O}$ 、 $^{23}\text{Na}^{35}\text{Cl}$ 的干扰

三十四、半定量，为何 29 和 33 处出现巨大的峰。29Si 和 33S 能测？

1. 主要是 N_2H 和 O_2H 造成的，低含量的不太好测，如果测 Si，最好用 HCL 介质和高纯氩气，会好些。
2. 我这里经常做半定量分析的。有用内标和不用内标两种方法，通常选择不用内标的方法。
3. 我做过，推荐不使用内标，很简单的，编一个半定量方法，采集一个空白溶液，一个标准溶液（可用调谐液）和样品溶液，用标液较一下可得半定量结果。

三十五、我用的是安捷伦的，为什么用 AUTO TUNE 调机总不能得到好的效果？

1. 一般机器调谐不必要用到 auto tune，auto tune 建议只用来作 em 的。agilent 的用户手册上有各个的调节范围你可以从各项调节范围来作。最常用的炬管的位置的 3 个参数，在划条上慢慢的调节看到信号有向上升的趋势后又下降，调节到信号的波峰。每项都这样条。并且不用天天调节，下次调节信号的 cps 差 < 30% 就可以了。
2. 推荐调 EM 用自动，其他参数均可手动，电压也可以调，仪器手册有范围，调多了经验就出来了

三十六、今天配岩石样的标准序列：有标准高浓度 10000ng/ml 溶液，如何稀释到 500、250、50、25ng/ml？具体是采用的方法？大家可以讨论一下，是逐步稀释好还是其他？

1. 尽量减少稀释步骤了。
2. 1 每次稀释级别最好不要超百
- 2 盛标液的瓶子要洗净，水甩掉
- 3 介质多用 5 % 硝酸
- 4 条件允许的话，硝酸级别需考虑

三十七、我们测定土壤中银的时候遇到这样问题，银的标准系列（0.0,0.1,1.0,10.0）线性很好， $r=0.9999486$ ，但是标样结果不好，除 GSS-1 还接近标准值外，其它 GSS-2~GSS-8 都相差很大，没有规律。样品是用微波消解，称样 0.05g，1% 硝酸定容 50 毫升，微波消解时是 1 毫升硝酸 3 毫升氢氟酸于 180℃ 30min，蒸干再赶两次氢氟酸，用硝酸提取后定容的。不知那位专家有高见。

应该从标准准确性和溶解完全性考虑

三十八、请问 ICP-MS 能分析饮用水的六价铬吗？能告诉我分析方法吗？

1. 不能，ICP-MS 只能测总铬。但可以接 LC，通过 LC 柱分离后测量六价铬。
2. 必需接液相才能做形态分析
3. 分离六价铬有很多办法的，把 ICP-MS 作为检测器就可以了。单用 ICP-MS 也能测量饮用水的六价铬。只要测出总铬不超过六价铬的限量，就可以算合格了

三十九、谁能比较系统简练地给介绍一下 ICP-MS 是干什么的？都可以在哪些领域里使用？

1. ICP 是电感等离子体火焰的英文缩写 MS 是质谱（mass spectrometry）
ICP 由于可以达到近 10K 的温度所以能使样品中的元素充分原子化

MS是按元素荷质比(m/z)进行分离记录的分析方法。

二者连用就是 ICP-MS

ICP 光源和 MS 中的质量分析器决定了仪器的高分辨率和高灵敏度

2. ICP-MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry) 电感耦合等离子体质谱, 是 80 年代发展起来的新的分析测试技术, 可分析几乎地球上所有元素(Li-U, C, O, N, F 及惰性气体除外). 它以独特的接口技术将 ICP 的高温电离特性与质谱计的灵敏快速扫描的优点相结合而形成一种新型的元素和同位素分析技术, 检出限极低、动态线性范围极宽、谱线简单、干扰少、分析精密度高、分析速度快以及可提供同位素信息等分析特性。自 1984 年第一台商品仪器问世以来, 这项技术已从最初在地质科学研究的应用迅速发展到广泛应用于环境、半导体、冶金、石油、生物、医学、核材料分析等领域。

四十、仪器出现什么状态时, 表明是锥脏了或坏了需要清洗或更换?

1. 做优化时如果发现 Rh 的信号比以前低了, 很可能就是锥的问题。经常洗锥是个好习惯
2. 主要看信号强度是否满足需要, 如果在一批样品测量过程中信号强度逐渐明显下降, 那就要清洗锥。如果测量灵敏度很差且重现性也很糟, 那就得考虑更换锥了, 一般这时, 可看到锥尖明显偏心。
3. 样品作 qc 若 qc 下降厉害则一般可以洗了, 洗锥要注意方式方法
4. 好象信号漂移时, 就要考虑一下清洗!
5. 在同一次测量过程中, 内标调节幅度大于 30% 就应该清洗锥, 否则测量数据会有问题。

四十一、ICP-MS 仪器开机后正常, 但点火后, 炬箱及大机械泵(对锥及透镜抽真空的)剧烈抖动, 过一会现象有所缓和但始终没有恢复, 其它附属设备都很正常. 不知原因何在?

1. 我觉得能产生抖动的就是泵的问题. 叫工厂的人看看。可能是不是哪里有堵塞?
2. 机械泵出问题了把

四十二、在预处理的过程中, 能否加入盐酸或王水? 是不是 Cl-对 icp-ms 测定的影响很大? 请问是什么原因会造成干扰?

1. 引入 cl 会对许多元素的测量产生干扰, 还是尽量避免使用
2. icp 中的 Ar, N, O 等元素会与样品消化过程中引入的 Cl, S, C 等生成多原子离子, 干扰某些元素的测定。比如 ArCl 会干扰 As 的测定。
3. 酸产生的元素干扰按严重性依次增加的排列顺序为: N, Cl, P, S, 可以为消解液的选择提供一个依据。
4. Cl 所产生的干扰通常是可预见的, 如 ArCl 对 As75 的干扰, ClO 对 V51 与 Cr53。

四十三、我用的 ICP-MS 这几天老是熄火, 10 分钟到 1 小时不等。开始显示为炬管有问题, 昨天显示没冷却水。但我检查后觉得有水流动, 可能压力太小, 但我已经开到 4Kg 了。是否有管到堵塞? 怎样检查?

我们的仪器也出过这样情况, 后来工程师查出原因, 是冷却气流量失控, 流量过大, 导致仪器错误报警, 从而保护熄火。换了冷却气的质子流量计解决问题。所以你必须请维修工程师来检查, 千万不要自己动手

四十四、显示没有冷却水, 老是熄火, 但有水流动, 可以点开水开关。如何检查水的大小? 如何检查管道是否堵塞?

1. 是不是水的压力和流速达不到要求啊, 仔细看看说明书, 需要多少压力

2. 或者是冷却水的温度达不到要求，制冷效果不行

3. 换新的冷却水,试试!

4. 先检查一下冷却水够不够多，打开水冷机的储水罐，检查水位，不够则加水。

水冷机有一进水口和出水口分别与 ICPMS 主机相连，拔下进水口，开动水冷机（不必开 ICPMS）如有水循环流动，则整个管路没堵，水冷机的泵工作正常。用桶或其它接住流出的水，若见混浊或肮脏，则需更换新水。若水管路没问题，可看看水冷机是否能正常制冷，设定一个温度（18~20℃，ICPMS 冷却所需的），让其工作（不必开 ICPMS），拿温度计测量一下就知道了。

5. 我觉得是机器传感器的问题，而不是冷却水本身

6. 考虑一下电源的问题。我们的出现过类似的问题

四十五、溶剂只用 DI 水而不用酸可以吗?是否一定要酸才能雾化?

1. 没有酸一样可以雾化，比如分析水样啊。

只不过在配置较低的浓度的标准的时候，加酸改善溶液粘度，溶解的更好，减少痕量元素的吸附。

2. 加 1—3% 的硝酸会更好，尤其是对 Pb 等元素

四十六、请问分析铅、铯使用什么质谱仪?

1. 普通四极杆式质谱仪分析误差较大一些。

2. 要看你做同位素的那些方面，并且对分析的要求程度有多高。分析 Pb，Cs 应该用 ICP-MS 是可以的。一般的应用要求四极杆也是可以满足的

3. 用 ICP-MS 做同位素分析，精度的确比较有限，但是基本上可以得到较准确的结果，Pb 和 Cs 对 ICP-MS 来说是很方便测定的

4. 可以用 TIMS，偏差小，也可以用 MC-ICP-MS，精度高

5. 现在使用的比较多的为多接受固体质谱仪，TIMS，MAT252 等。ICP-MS 单接受的精度差，一般不用，但是有一些要求不高的话可以用，多接受的 ICP-MS 可以

6. 四极杆 ICP-MS 同位素分析理论精度约位 0.05% RSD.

单接受高分辨 ICP-MS 同位素分析理论精度与四极杆 ICP-MS 精度相当.

多接受高分辨 ICP-MS 同位素分析理论精度可到 0.001%.

四十七、想请教一下冷焰测定硅、磷、硫时，标准曲线做不出来，计数都是几万或者几十万，基本平行的计数，溶样品时，需要用到 HF 酸，请问是不是哪个地方的方法不对呢?

要测也应该在热焰下测，Si 的第一电离能为 8.152, P 第一电离能为 10.487, S 第一电离能为 10.36,冷焰下电离效率差。几十万的计数主要是干扰，

Si28 受 14N14N,12CO16 干扰, Si29 受 14N14NH,12CO16H 干扰, Si30 受 14N16O 干扰
P31 受 14N16OH 干扰

S32 受 O2(32)干扰, S34 受 O16O18 干扰

空气中的 O2, N2, 样品基体中的 H,OH,N 等比要测的 Si, P, S 要多得多.

冷焰不是消除这类干扰的.

四十八、icp-ms 测土样时的前处理过程

1. 一般根据分析元素不同可分为酸溶和碱溶,用 ICP-MS 分析一般是用酸溶法,一般称取 0.1g 样品,加入硝酸(5ml),高氯酸(2ml)和氢氟酸(5ml),放置一段时间后放在控温电热板上,缓慢加热,直至高氯酸冒白烟,再加入 2ml 氢氟酸并蒸干,用 2ml 硝酸提取并且定容到 100ml,这

种方法可以测定大多数元素,但是不能分析易挥发元素(如 Hg 等)和重稀土元素.
不知您分析的元素是哪些,样品量有多大,如果样品不多用密封溶样法更佳(如微波或高压溶样弹等).

2. 用硝酸和双氧水, 比较简单, 平行性也好

3. 我曾经看过一个方法: 称取 0.1g 样品 然后用 HNO₃-HF 联合消解。按照常规的方法是 HNO₃-HCL-HF-HCLO₄ 联合消解, 但是据专业人士说 ICP-MS 不能用 HCLO₄, CL 元素对测定有影响。

四十九、大家用 ICP-MS 分析过土壤中的 Cd 吗? 有什么需要注意的.

选线时多选两条一般我用 111 和 114, 还有 Sn 和 Zr 对 Cd 有干扰, 需要扣除。再来就是要注意试剂的空白, 有的酸比如 HF 酸 Cd 空白有的较高, 最好做之前挑选一下。可以试试看, 看看这样是否有改进。

五十、ICPMS 测 As、Se 等元素时的污染严重吗? 对反应池的污染, 进样系统的污染, 严重吗? 难以清洗?

1. 只做过一次, 没什么污染啊

2. 我们做了很多几十 PPb 的 Se, 污染不严重

3. 只要不是特别高, 没有问题的, 我做过 PPM 的, 没问题.

4. 污染的来源是样品的本身, 而不是元素的种类. As, Se 等元素是不会污染进样系统和反应池的.

样品基体才是污染的主体. 基体简单的样品对仪器污染少, 基体复杂样品对仪器污染大. 另外各个厂家的进样系统设计不一样, 不同仪器对样品基体的分解效率不同, 反应池的设计及透镜也各不相同, 对污染的抗受能力也不一样.

5. PPM 浓度的问题不大, 不至于造成大的影响, 但要注意外来因素的影响, 如有的氩气可含有很高含量的 Se!

五十一、我用的 ICP-MS 型号为 PE ELAN 6000, 原本是蠕动泵单通道进样, 现在想再加一根进样管, 用于添加内标, 应如何加法? 什么地方有可用的三通接口? 另外, 该 ICP-MS 和 HPLC 如何连接做 HPLC-ICP-MS 连用? 有现成的接口出售吗?

1. 在进样的毛细管前直接加一三通, 三通处接两根进样管即可, 一根进样, 一根进内标, 我都是这样做的很好用, 也很方便

2. 我听工程师说在蠕动泵后加一个 3 通, 效果不错, 但是注意死体积和溶液稀释

五十二、单接收的 ICP-MS 能可否同位素比吗?

1. 单接收的 ICP-MS 能可否同位素比吗

2. 可以的, 只不过精度不是很高。

3. 可以, 而且有的元素可以和多接收媲美, 比如 U/Pb

五十三、我用 PE ELAN 6000 测汞, 样品添加标准回收率达 150-200%, 而试剂空白则回收正常。样品是食品, 一克定容到 250ml, 用 Bi 做内标。不知道是什么原因造成样品中汞计数升高, 请各位指教。

1.1 换一种内标试试

1.2 样品均匀性

1.3 前处理步骤

2. 做汞的记忆效应试验，测定一次后注意多清洗一下试试，因为高浓度的记忆效应还是不可以忽略的！

五十四、ICP-MS 能用测哪些项目呢？

1. 一般来说最好的是测定超纯物质（比如纯水呀等），和稀土元素等。

由于干扰的存在，常见元素 Ca, Fe, Na, K 等元素测定不准。但随着仪器的发展，比如 PE 的动态池，热电的碰撞池等技术的引入，可以去除部分干扰。

与 icp-aes 相比，其灵敏度高，一半可以测定 ppt~ppq 量级，当然取决于你的环境，还有是不是高分辨质谱。

2. 能应用于环境.半导体.核工业临床医药.石油化工.地质.法医等多领域

3. 材料的测试，重金属测试。RoHS 等

五十五、ICP-MS、ID-MS、ID-TIMS 在测量方面有何区别，具体是测量稀土元素，或者这几种仪器的相关知识，区别、功能、精度、缺点

ID 指的是同位素稀释法。同位素稀释法主要是通过测定同位素比值来进行，用 ICPMS 或者 TIMS 都可以。测试的精度来说，TIMS 的同位素比值测试精度要高于 ICPMS。但是测定的成本比较高，且测定速度比较慢。用 ICPMS 进行稀释法测定精度足够了（1%）。直接用 ICPMS 测定的时候，精度要稍差，一般在 10%—15%。

对于含量很低的样品，用 ID 能够得到很好的保证。

五十六、测样的时候发现不加酸或加酸量较少时，有时内标抑制比较严重，补加 1%硝酸后，就恢复正常，怎么回事呢？

大家制样的时候，有特别控制酸度吗？

1. 一般有 1%左右的酸比较好。有时候不是用算，碱性溶液也行。还是和样品的性质有关。

五十七、什么物质容易产生负离子峰？

这个与电离方式有关，我做过激光电离气溶胶单颗粒的实验。含 Cl 的盐一般都很容易做出 $^{35}\text{Cl}^-$ 和 $^{37}\text{Cl}^-$ 的峰。另外我也做了硝酸盐的，硫酸盐的都有负离子产生。另外还观察到了碳的团簇负离子峰。

五十八、icp-ms 测卤素元素的效果如何？这几种元素 (F, Cl, Br, I) 都能生成正离子吗？

1. 应该用库仑方法测量，ICP-MS 的效果应该不好。

2. 我做过 Cl, Br, I, 但 F 没有做过，我用的仪器设置 F 为禁止元素，因为 F 不能形成正离子。

3. 分析 Br, I 是没有问题的，但是要用中性或微碱性介质，酸性是不行的，Cl 可以测，但是灵敏度比较低，适合分析 PPM 数量级的。

4. 记住，ICP-MS 测定的是微量元素，且有稳定的离子谱 m/e 的...溴和碘可以测，但氟要视情况来定。

5. 氟的电离电位太高不能作，溴和碘是可以作的。

6. 氯溴碘都可以测，但因氯的电离能太高，故灵敏度很低。最好是采用碱性介质比较稳定，如氢氧化胺等。但值得注意的是用碱熔法处理样品时，氟亦被回收，且往往样品中氟含量较高，极易损坏玻璃雾化器。

7. 都是可以做的。

检测限：F 5 ppm (medium resolution), Cl, Br 和 I 分别为 3 (high resolution), 0.08 (high

resolution) and 0.03 (high resolution) ppb.

8. 测定的时候, 介质使用氢氧化铵或者氨水。本底可以很低, 并且记忆效应很弱。

9. 溴还好, 电离的效率差不多, 不像碘, 不同的价态电离效率差很多。

五十九、关于同位素稀释法空白溶液浓度是怎么求的。也像和样品一样, 直接在空白溶液中加入一定量富集同位素, 测其同位素比值, 然后根据公式计算吗? 感觉这样好像不是太准?

1. 本来就是一样的啊! 空白里面的含量是未知的, 就像样品一样, 只是含量很低而已, 空白里面的同位素比值是已知的, 加入的稀释剂同位素比值是已知的; 加入的稀释剂浓度是已知的, 就剩下一个未知的就是空白的含量了。

2. 既然是做空白, 就要和原来的背景尽量相同

六十、各位请问, 做 ICP-MS 试验时的问题: 1. 样品稀释 1000 倍检测, 用 In 做内标, 标准系列中内标都是 100%左右, 而样品中内标只有 20%, 甚至 10%, 这样高的抑制率正常吗?

2. 而且同时检测几个内标 (In、Y、Bi 或 Sc), 抑制率不同, 这样选择不同的内标, 结果就会不一样, 选择内标的规则我也知道, 但实际应用中该怎么选择呢?

3. 有的样品空白的内标百分率为 120%左右, 样品的内标百分率低于 100%, 怎么解释呢?

4. 热焰转换到冷焰时, 还是很容易熄火, 现在我调了一个功率是 690w 的, 转换起来没有问题, 这样对检测会有什么不良影响吗?

5. 之前做过一次银的样品, 后来就很难清洗, 空白中的计数都有几十万, 该怎么办?

6. 我们需要做硅、磷、硫检测, 用冷焰检测时, 标准曲线做不出来, 计数都在几万或十几万, 制样过程应该是没什么问题的, 是怎么回事呢? 是酸的干扰吗? 怎么排除呢?

7. 样品中检测 Pd 时, Pd (104)、Pd (105)和 Pd (106)同时检测, Pd (105)和 Pd (106)的检测值一致, Pd (104)的检测值比 Pd (105)和 Pd (106)低得多, 基体对 Pd (105)和 Pd (106)也没有干扰, 那怎么回事呢?

答复 1, 2, 3,7: 我以前的应用 (超纯分析为主) 很少用到内标, 无法给你很好的建议。不过建议你在样品处理方面做些工作, 你做什么样品? 看样子满复杂的, 稀释 1000 倍后的样品有没有进行酸化? 可试试加热消解一下, 有助于分解样品中的基体。

答复 4: 冷焰与 Shield torch, PlasmaScreen, Guard Electrode 等配合使用, 主要是消除某些背景对干扰, 如 Ar38H1 对 K39, Ar40 对 Ca40, ArO56 对 Fe56 等。通常在 600w 左右, 至于 690w 是否会影响结果, 你可观察比较热焰和冷焰模式下, 待测元素的背景变化, 若 690w 时你关心的元素的背景能够降到满意水平, 则 690w 不会影响测定, 反之, 若只有降低 RF 功率才能降低背景则表明 690w 不合适。

热焰转换到冷焰时熄火的问题, 我也碰到过, 可能是 RF matching 的问题, 或许是设定问题, 或许是 matching box 的质量问题, 最好找工程师来看看。

答复 5: 首先确定是否为银污染, 看空白中的 Ag107 和 Ag109, 若两处都有很大计数, 且两者的强度比值符合 Ag107/ Ag109 的同位素丰度比(51.34/48.16, 几乎为 1:1), 则可以肯定是银污染。必须清洗部分组件, 包括进样部分, 雾化器, 雾化室, 矩管, 锥, 离子透镜, 估计是锥, 离子透镜被污染, 可以试着逐一清洗, 然后测空白看看, 这样可以找到污染所在。

答复 6: 对硅、磷、硫检测, 应该在热焰下测, Si 的第一电离能为 8.152, P 第一电离能为

10.487,S 第一电离能为 10.36,相对为较难电离的元素,冷焰模式下等离子能量低,电离效率差,很少离子产生,你看到的几十万的计数,不是由 Si, P, S 离子的信号,主要是干扰, Si28 受 14N14N,12CO16 干扰, Si29 受 14N14NH,12CO16H 干扰, Si30 受 14N16O 干扰 P31 受 14N16OH 干扰

S32 受 O2(32)干扰, S34 受 O16O18 干扰

空气中的 O2, N2, CO2, 样品基体中的 H,OH,N 等比要测的 Si, P, S 要多得多. 对这些干扰, 碰撞反应池技术可以去除部分背景干扰, 能够使 Si, P, S 得检测限降到单 ppb 左右, 具体技术细节, 你可向厂商质询. 若没有碰撞反应池, 则可提高标准曲线点的浓度, 如 100, 200, 500ppb 或更高, 试试看吧。

六十一、ICP-MS 测杂质元素 K、Na 如何, 是否一定要去除基体?

1. 钾、钠在自然界中存在较多。所以测量的时候必须足够的稀释。本底要干净, 由于两种元素的灵敏度都十分高, 所以需要用冷焰
2. 只要溶液瓶、所用试剂、所用水能够保证高纯, 就能做出来, 曲线还不错, 就是标准溶液大概要一周重新配一次。

六十二、冷却水流速太低? 什么原因? 是不是循环水装置, 那个过滤网太脏了, 我们的过滤网外塑料壳拆不下来, 好像粘上了一样, 每次换水, 只能超声一下, 是不是这个原因造成水流速过低?

1. 可能是其他地方也有类似的情况。再检查一下现在的水压是不是比原来低了。调高看看
2. 压力不足吧
3. 建议彻底清洁一下, 然后调整水的更换周期, 可能含有微生物污染物较高, 同时如果条件具备的话, 请提高原水质量!

六十三、一般文献中提到的是 方法检出限还是仪器的检出限, 应该用样品空白测的吧。如果是仪器检出限用 2%的硝酸?? 还有就是检出限是用空白的浓度求出, 还是先用其 CPS 值求出 CPS 的偏差呢?

1. 检出限表示分析方法、分析体系检测功能优劣的一个重要指标。它的含义是: 在确定的分析体系中可以检测的元素最低浓度或含量。它属于定性范畴。若被测元素在分析试样中的含量高于检出限, 则它可以被检出; 反之, 则不能检出。检出限受空白值大小及标准偏差的影响。

IUPAC 于 1975 年推荐检出限的定义: “检出限以浓度(或质量)表示, 指由特定的分析方法能够合理地检测出的最小分析信号 x_L 求得的最低浓度 c_L (或质量 q_L)”, 表达式为:

$$c_L(\text{或 } q_L) = (x_L - b)/m = K S_b / m$$

式中 m 为分析校准曲线在低浓度范围内的斜率; b 为空白平均值; S_b 为空白标准偏差。测定次数为 20 次, IUPAC 建议 $K=3$ 作为检出限计算标准。

AMC(分析方法委员会)推荐真实空白,但在实际分析中, 它有时很难得到。许多分析工作者使用试剂空白或接近空白。不同学者对接近空白有不同的定义, 分析元素的含量为检出限的 2-5 倍。

2. $K=3$ 也是有根据的,

其实真正的检测限计算公式还考虑到了测定结果的置信度:

$$LOD = 2 \text{ squ}(2) * t * SD$$

其中 $\text{squ}(2)$ 即根号 2, t 为特定置信度下的单边值, 如果测定次数为 11 次, $t=2.2$, 这样计算出来 SD 前面的系数就是 3.3 左右, 如果为 20 次平行测定, 系数则为 3。

六十四、ICP-MS 测 Os，基本上是关于前处理的，由于 Os 的挥发性在处理过程中很容易损失，看文献上用同位素稀释法做的比较多，还有其它方法吗？谁有这方面的经验介绍一下，直接测量的话是不是很不准啊

1. 要准确测定 Os，必需要用同位素稀释法，因为 Os 具有挥发性，并且不同价态其灵敏度不一样，八价 Os 具有最高灵敏度，是其他价态的 20—30 倍，普通方法很难准确测定。样品溶解方法有 Na₂O₂ 熔融法，Carius tube 法。样品溶解后，蒸馏分离，用 H₂O，HCl 或 HBr 吸收。
2. 一般不用 HBr 吸收，会把 Os 还原为低价的，用 HCl 吸收，效果比较好。也有人用 Br₂ 萃取 Os，然后用 Cr₂O₃ 氧化 Os，再进行微蒸馏。不过这样做的回收率比较低。

六十五、我单位在测定海水样品,不知能否直接进样.氯离子是否有影响,如果有影响,怎样去除干扰？

1. 我单位在测定海水样品,不知能否直接进样.氯离子是否有影响,如果有影响,怎样去除干扰
2. 可以直接进样的。aglient 仪器好像可以不稀释就能测。我一般是稀释 15 倍测试。
3. 如果不稀释，基体效应会很大，稀释后某些元素含量低，可能也不能测定，必需要富集。能直接测定的元素非常少。
4. 一般用共沉淀比较简单。

六十六、为什么不用做标准曲线就可以给出一大概的浓度呢？误差一般大多少呢？

1. 其实是做了工作曲线的。空白一点，一个标准溶液作为另一点，两点定标，所以只能是半定量。
2. 就是通过一个空白一个标准来定量的，至于误差么，要看做什么，用什么仪器做的了，不过总之，误差是比较大的
3. 半定量模式应用的是各元素灵敏度间的关系，对于一台仪器而言，这个关系应该是固定的。用定量元素绘制半定量曲线，各元素的灵敏度关系就都出来了。半定量曲线使用二次回归方程。有些元素理论灵敏度与实际灵敏度不一定相符，这是半定量结果不准确的原因之一，需要经验校正。绘制半定量曲线，选择定量元素很重要。

六十七、请问磺基水杨酸水溶液是用来络合 Fe 吗？测定下线有点高，达到 1ng/g，现在对低含量地质样品要求测定限到 0.01 以下（已有文献报道），例如玄武岩，辉长岩等（主要 IPGE 低，有时<0.1ng/g),超基性岩 IPGE (Os,Ir,Ru)高，比较好作一些。依照本人经验，用 Te 共沉淀时最后溶液中 Cu，Ni，Zr 浓度较高，严重干扰低含量样品中 Rh (ArCu) 和 105Pd，及 106Pd (ZrO) 测定。不知用 Mn 共沉淀时有无此现象。

1. Cu,Ni,Zr 高可以用 p507 树脂除去。不影响测试。用阳离子树脂+P507 树脂联合。
2. 听说，P507 对 Zr，Hf 特别有效，没听说对 Cu，Ni 也行。

六十八、使用的 SPEX 的 CLMS-4 标准，它标注的介质是 H₂O/Tr.HF，表示多少浓度的 HF 酸呢？

Tr HF 应该是 trace HF，因为这个标准里面有 Nb,Ta,Zr,Hf，需要微量 HF 来稳定 Nb,Ta,Zr,Hf。

六十九、仪器 ICP-MS 原料：食品，土壤。请问：一般的消化时应该注意什么？

1. 建议先高温下(500度以上)烘2小时,再用微波消解.我作过奶粉中的微量元素.直接消解问题多多.特别是蛋白质多的样品

2. 先高温下(500度以上)烘2小时,会有一些低温元素损失。建议直接用高压微波消解,注意中低压的微波消解不行。我曾经使用过 Milestone 的高压微波消解,效果不错。

3. 密儿私通之所以有厚厚“一大本”方法,是因为仪器控制水平不高,不同样品、样品量、样品个数、试剂类型、试剂量稍有变化,消解条件就要跟着变。现在好的仪器只需要几个基本的方法就可以搞掂一个实验室的大部分样品,如果人家的仪器好,或根本没有微波消解,拿密儿私通的方法没有意义的。

电热板: 食品用硝酸-高氯酸或硝酸-双氧水消解, 土壤用王水-HF 消解。

微波: 食品用硝酸或硝酸-双氧水消解, 土壤用逆王水或逆王水-HF 消解。

压力溶弹: 试剂与微波法相同, 控温烘箱 100 度 1 小时, 185 度 4 小时。

如果要测 Hg, 密儿私通的高压罐子会排气恐怕测不了, 我用过 CEM 的高压罐和压力溶弹, Hg 回收率是有保证的。

七十、想用 ICP-MS 测橡胶、尼龙中的金属元素 (Pb、Cd、六价铬), 该如何做前处理啊?

EPA 3052, EN 1122 可以测 Pb、Cd

EPA 3060A 可以测 Cr (VI)

七十一、ICP-MA 应用手册中讲, 在测 Pb 时计算 Pb 含量要用 Pb 的三个同位素的含量相加。但在计算其他元素的含量时有时用丰度最大的同位素, 有时却用两个同位素的平均值, 请问这是为什么?

因为 Pb204 是放射性元素, 所以各地的铅的组成是不同的。但 206 607 208 是稳定的 他们的总量是一定的。所以一般用他们之和

七十二、请问金属镀锌件表面的六价铬的含量测定如何前处理? 怎么把表面镀层溶解下来, 又要保持铬是六价?

1. 不需要前处理最好, 或者在开水中浸泡然后测定即可

2. EPA 3060A(碱性溶液消解) 或者 IEC 草案都有详细的介绍, EPA 3060A 应该可以从 EPA 的网站上下载。

七十三、Si 能用酸溶吗? 我买的 Si 标液介质是 Na₂CO₃, 我用的是 ICP-MS, 怕 Na 污染, 想用硝酸溶解稀释, 不知可不可以?

1. 你不妨使用滴定法做分析看, 那样的话 Na 污染可能就不会有太大的关系吧

2. 不行, 酸溶不了的, 只能用氢氧化钠或碳酸钠

3. 想用酸溶的话, 用 HF 酸

4. 用硝酸+氢氟酸试试吧~~~~不过一般标配的雾化器和雾化室应该是不耐 HF 腐蚀的, 要另配

七十四、icp-ms 仪器的检出限是空白下信号方差的 3 倍, 书上说一般定量检测限在 10 倍检出限以上。那么对固定方法, mdl 是工程空白溶液或者是空白溶剂的方差的 3 倍, 方法定量检测限也是 10 倍方法检出限吗? 如果这样, 如果过程空白中, 某些元素含量较高, 导致方差较大, 测量结果就没什么意义了, 我最近作的几次试验, 发现很多元素只可以检出, 无法定量, 大家是这样的吗

1. 对于具体的实验方法的检出限, 当然是用过程空白。用空白溶剂只能说明仪器的能力,

也就是说理想状况可以达到的检出限。

七十五、我所用的 PQ EXCELL 型号的质谱冷却气的质子流量计坏了,自己换了一个新的,我想知道如果在软件上调整冷却气流量大小的话,压力变化在何处显示,变化大概有多少
没有显示压力的部分,热电工程师在我们这里调试时,是接上三通,调节流量时观察塑料管插入水中产生气泡数量判断是否正常。

七十六、我所用的 PQ EXCELL 型号的质谱冷却气的质子流量计坏了,自己换了一个新的,我想知道如果在软件上调整冷却气流量大小的话,压力变化在何处显示,变化大概有多少?

1. 我所用的 PQ EXCELL 型号的质谱冷却气的质子流量计坏了,自己换了一个新的,我想知道如果在软件上调整冷却气流量大小的话,压力变化在何处显示,变化大概有多少
2. 压力的变化不会很大,主要是流量的变化,可以接三通来监测

七十七、有一个高纯铝块样,欲测其中 Fe、Cu、Si、Zn、Mg、Pb 等杂质的含量,请教如何前处理样品?选择什么模式测定?(热焰?冷焰?CCT?Xi?)

1. 样品用 5%的氢氧化钠溶液溶解后,酸化就可以。
2. 王水 90 度水浴溶解即可。铁用 CCT 测试

七十八、分子泵在未点火的情况下自己停了,再抽真空时分子泵的转速到 600 左右时就再也上不去,什么原因?

1. 真空显示有多少?是不是有漏?或者分子泵轴承有问题了?
2. 最大的可能是哪里漏气了,如果不行,赶紧联系厂家吧,否则分子泵坏了可麻烦了

七十九、请教一下,在我做实验过程中,为什么 Ag, Au, Pd 的标准曲线总是不太好,标准系列是: blank, 0.2ppb, 1ppb, 3ppb, 10ppb, 30ppb, 第一、二个点总是有点偏高,而后面几个点也不好,线性只有 99.8%的样子,请问是什么原因?另外我用的是混标,混标中的其他元素的曲线都非常好,能达到 4 个 9 以上。

1. 标准配制时注意不要引入氯离子,避免形成沉淀。Pd 不要用塑料瓶装。低含量标准不能放置时间过长。
2. 发现你配制标准溶液还挺有意思,一般浓度都成比例,你却列外,我经常做银标准曲线,浓度为 0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0,效果非常好。

八十、怎么洗锥?

1. 我的方法是先用 5%硝酸泡一会,然后用 800—1200 目的氧化铝粉擦洗。
2. 我用的是 Ni cone 就用 2%的硝酸把孔那个位置泡一下,然后用镜头纸擦
3. 我这有 GC-MS 清洗离子源用的砂布,我加上氧化铝调成糊状来擦,基本上可以洗干净的

八十一、IPC-MS 的分辨率是和什么有关系啊?

高分辨的仪器里面和进出磁场的狭缝宽度有关,低分辨可能和四极杆加载频率有关把。

八十二、请教用标准加入法检测的利弊?

最大的好处:可以降低基体的影响,提高测试精度

最大的缺点:麻烦

八十三、现在测定的 Cd 的同位素比值,刚开机的时候测定的和真实值差别极大,但是随着时间进行,测定值慢慢越来越接近真实值,这是怎么回事, 原来没有这样的问题啊,只是自己用 autotune 调谐过一次仪器, 哪位知道是什么原因吗?

作过丰度比测量,但没出现过你说的问题.感觉是进样系统的问题.会不会是雾化器坏掉了?

八十四、我用的为热电的 PQ EXCELL 型的质谱,最近发现一个问题,点火是不太容易点着,且用大约 3 个小时后,114.9 的信号有时会从 4 万下降到 3 万.

我的经验是,关于点火,要注意检查炬管的位置,同时注意与雾室接头处的连接不能漏气,再就是氦气的纯度,信号的衰减是正常的.

八十五、我用热电的(PQ EXCELL)型号的 ICP-MS 做痕量元素的分析,使用大约 2 个小时以后,反测前面的标准曲线的点,轻元素的信号下降的特别厉害,如 Al 等元素,前期测计数大约为 4 万左右,在 2 个小时以后变为 25000 左右,重金属元素信号下降也大约在 10%-20%左右,我个人觉得信号的下降太大了,但不知是何原因造成的(房间恒温恒湿)

1. 平时真空泵没关吧? 建议点火后稳定半个小时后再作标准曲线
2. 可能和基体有关系, 比较高的基体时, 会在锥上面很快沉积导致锥孔变小, 使得灵敏度下降。
3. 在作标准曲线前,一定要使仪器预热一定时间,待仪器运行状态稳定后,再作标准曲线。
4. 个人简要补充几点:
 - a.雾化器效率.
 - b.离子由离子源经质量分析器传输至检测器的离子传输效率.
 - c.Sampling cones & Skimmer cones 部分被堵.
 - d.检测器处于疲劳状态需进行活化处理.

对于 ICP-AES 目前最要的一个改进方向便是改善进样系统,

对于 ICP/MS 不仅需改善进样系统,而且更为重要的是如何

提高离子传输效率,即如何减少离子由离子源经质量分析器到达检测过程中离子的损失这,都是进一步降低检出限与提高灵敏度的有效途径.

5. 要注意是否是锥老化了,观察锥孔的形状,如果不圆了可能就该换了,另外您可以先测一下调试溶液,看是否稳定,如果调试液很稳定,那说明仪器本身没有问题,可能是样品的影响

八十六、我用的 ICP-MS 在 CCT 条件下测铁时加标只有 40%-50%, 另外用冷焰做钠是非常不稳定,不知为何?

1. 测铁的话 Ar 和 C 会对它有干扰, 不容易做, 而且要看你加标的量是否和样品成比例
2. 因为有 ArCL 的干扰,不好做,要去除干扰。还有污染太大

八十七、我们有一个样品,是一个镀镍的铝片,上面有一个很小的微点,现在怀疑是 Cr 和 Fe, 这样的样品前处理该怎么做呢? 有没有什么更好的分析方法?

如果微点够大的话,可以尝试用 SEM+EDS, 基本不用前处理。

八十八、有谁使用过膜去溶装置,我想了解一下它的主要功能和用途以及原理,和 ICP-MS 如何联用?

1. 膜去溶主要可以降低干扰, 提高灵敏度。原理就是采用气体吹扫去掉溶剂。仅让溶质进入 ICP。

2. 主要的功能就是能够降低基体的影响，其方式就是通过高温(160℃)去除溶剂水，然后用比较高流量的载气将溶质以气溶胶的方式进入仪器。这样，由于基体的氧化物和氢化物的干扰造成的影响就很低了。同时，样品的传输效率和利用率都提高了，所以灵敏度也会有很大的提高。

膜去溶和仪器的连接也是很方便的，只要把雾化器和炬管的接口换成是膜去溶的接口就可以了

八十九、炬管口有很小的一个破损的缺口，仪器分析有影响吗？

1. 是线圈那头还是进口，进口应该没有影响。线圈那头会不会对气流有干扰？造成信号不稳定？

2. 观察一下火焰的情况，没什么异常的话应该没有什么影响。不放心的话做个标样看看。要看缺口大到什么程度，很小的话不会影响火焰的稳定吧

3. 应该是外管顶端边缘吧，从电感耦合等离子体的工作原理上考虑，只要对外气流没有什么影响，就想不出有什么太大的影响。但是否有影响我认为首先要观察一下炬焰，看其两侧是否有异常，如两边有红火焰出现就是烧炬管了，应立即更换炬管，再有就是看分析结果的好坏和仪器性能的稳定性，如果分析结果及仪器性能没有什么变化，就应该没有太大的问题。

九十、有谁修过 EDWARDS 的分子泵吗？我这里有一个不转了，好像后面的弹子不动了，但是不知道怎么拆？

分子泵很好开，如没有专门的工具，可以在泵后面的两个小孔上插上两个小钢棒（比如小内六角扳手），然后用一起子横在中间就可以转开了。

另外，注意油锥是反口螺丝。更换轴承要有专门的工具或相当的经验才行，否则马上就坏掉。

九十一、我的 ICP-MS（热电的 X 系）在测氧化钛时被 S 污染了，现在进超纯水的信号值也有 60-70 万，已换过蠕动泵管，用 10%硝酸浸泡炬管、雾化室、雾化器数天，清洗锥等措施都采用过，仍然无效。

1. 会不会离子透镜也给污染了？

2. 清洗一下离子提取器，如果没有效果就只好清洗四极杆了吧！

3. 不要急着清洗四极杆，因为四极杆内部是不产生电离的。还是先找其它原因。

九十二、CE 分离时用得是硼砂缓冲液，pH 9.4，请问做 CE-MS 联用时换成什么流动相比较好呢？

CE-MS 联用流动相最好用易挥发的盐，如乙酸—乙酸氨。

九十三、我们的仪器（mc-icp-ms）发现氧化物过高，达到了其元素的 1/3，请教高手，什么原因，怎么处理？氧化物过高是指：如某同位素 ^{238}U ，它的氧化物 $^{238}\text{U}^{16}\text{O}$ 测量值占到了 ^{238}U 测量值的 1/3 左右。另：我们用的冷却方式为水冷；使用膜去溶进样，氧化物仍然占到 1/3

1. 氧化物一般是和自己比的。如果这个元素含量很高，产生的氧化物自然比较高，如果和氧化物的质量相同的那个元素本身含量比较低，自然影响比较大。MC-ICPMS 测试的时候，一半是通过化学分离将元素提纯测试。另外，如果雾化室加上水冷，可以降低氧化物干扰；如果使用膜去溶，也可以有效降低氧化物干扰。

2. U 的氧化物很高，尤其是用 CD（炬管外面带铂圈）的时候，氧化物可以达到和 U 的灵敏度差不多。但是因为 U 的氧化物对测定没有影响，所以没有太大的关系。调节功率可以降低

低，不过效果不是很明显。

九十四、ICP-MS 溶解样品可以直接用 DI 水，而不用稀硝酸吗？

可以啊，能溶就好，如果硝酸不干净，也只能如此啊

九十五、请问大家溶样后，在蒸发除酸的过程中是蒸干，还是剩一点点，如果是还有残留的液体，那残留多少不是不好控制

1. 做化学实验时，为了不发生意处，通常情况下不蒸干，留有少量液体，离开热源它自己会干的。
2. 要具体看是什么实验，有在加热过程中直接蒸干的，如盐酸重量法测定硅，也有蒸干到粘稠状不得干涸的，如高氯酸测定磷等，也有绝对不许蒸干的，如磷酸硝酸铵测定锰。

九十六、循环冷却水一般设几度？我以前用 agilent 的是设成 2 度。可是今天看到的热电 X7，工程师却说设成 20 度。我总觉得这么高的温度怎么能起到冷却的作用呢？

1. 以前我用 VG PQ3 点火时设在 10 摄氏度，维持真空在 20 摄氏度
2. POEMS-3，20 度
3. 工程师说的应该是冷却循环泵设置 20 度，而半导体制冷设置为 2 度吧
4. 不同公司的仪器可能要求稍有不同，不过范围一般要求都是 15-25 度，我的仪器基本是 18-20 的样子
5. 20 以内即可，15-17 度

九十七、我们用的是 PE9000 的机器，普通的蠕动泵进样，测 Ca Fe Cr 的时候，DI 的背景就有好几万，做标准的线性还可以，但做的样品如果只有几十个 ppb 的时候，样品的计数和背景几乎是一个数量级上的，这样测出的结果可信吗？各位高手有没有更好的测这几个元素的方法呢？

1. 含量那么低时处理试样要特别注意污染，必要时需要富集。曲线范围的选择也要适当。
2. Ca 是 ICP-MS 中的干扰元素之一
如果采用冷等离子体，Ca 的测定比较容易，Ar+带来的 40 处空白一般在 ppb 以下。当然也可以采用碰撞反应池技术去除干扰，效果也非常理想。
采用正常模式测定，检出限水平很差，可以在调整仪器的时候着重调整仪器的信噪比，即 Ca40 的强度/空白 40 的强度最佳，从而折中测定。
3. 这些元素容易受到光谱干扰，所以背景很高，采用碰撞池（collision/reaction cell）就会消除这种干扰。
4. 试碰撞反应池的氢气或氦气模式 应该可以解决的
5. 用的 9000 是没有 DRC 的,所以做 Ca 可以试试冷焰，同时这三个元素都要控制住本底污染。

九十八、什么是冷焰，什么是热焰，在仪器上具体怎么来实现，操作的过程中又有什么需要特别注意的呢？

冷焰指的是在炬管外测施加金属的评比线圈，并接地去除等离子体电位影响。
同时降低等离子体功率到 750W 以下，在此功率下，等离子体温度较低，因此 EIE（易电离）元素的灵敏度以及空白（比如测 Ca 时，Ar 离子数目减少）都会有所下降，整体信噪比有较大提升，加了屏蔽线圈还可以是低功率下的等离子体火焰更加稳定。

九十九、icp-ms 做 水中总磷为什么不行？是水的问题还是仪器本身不适合

1. 高精度的 ICP-MS 可以测 P 的浓度在 0.5ppb 是没有什么问题的。普通的 ICP-MS 测不了。如果水中磷的浓度很高，你可以考虑用 AAS。ICP-MS 不是万能的。
2. P 受到 NOH 干扰，水中干扰本来就比较，如果采用高级技术，可以改善，比如加氧气的碰撞反应池，或者使用膜去溶，效果会好些。

一百、我用的循环水冷却机,装的是离子水,有必要除菌吗?怎样除?用氯胺 T 咋样?

1. 自己没有带除菌系统吗？如果用的比较频繁的话，不除菌问题不大，不过用的比较少的话，可以考虑装除菌装置
2. 加点 异丙醇 就可以了，半年一年换一次水

一零一、单位装修实验室，买仪器，求教，一般实验室多大面积？冷却水和仪器在同一间房子吗？噪音大吗？样品处理间和仪器间在一起还是分开？

1. 冷却水还是有很大噪音的。最好放在隔音的小房间中。也可以采用外置的冷却水。最好能把机械泵也放在小房间呢。尽量避免仪器房间内的噪音。还有气源的问题，要准备一个气瓶间。仪器房间可以不用很大，如果有条件可以做低尘实验室。
2. 如果将冷却水放在仪器间，等于是把仪器产生的部分热量置换到了房间内，从节能方面考虑似乎不是很理想，而且这样占用了室内的空间，如果准备做洁净实验室的话，这种布局也是不可取的。面积方面，仅仅是仪器间的话，无论 MS 是落地的还是台式的，都应该让 MS 距墙面 0.5 米,以保证检修通道的空间。加上操作区域，样品台什么的，15 平方差不多吧。

一零二、为降低氧化物产率，雾化室的温度是设在多少，2 度还是 4 度？氧化物的产率能降低到多少（指 CeO/Ce）？

1. 一般都是设在 2℃，但是有资料说保持雾室 4℃时氧化物产率最低。不过个人感觉 2℃和 4℃没有很大差别。
2. 好像是 2 度，标准桶型雾化室的氧化物 C E O / C E 为 3.5 %，看的一个幻灯片上的材料。
3. 2 摄氏度，氧化物水平小于百分之一，双电荷水平 小于百分之三 我指的是用铈来衡量
4. 这个还应该和雾化器有些关系，主要就是进样量还有雾化效率
5. 温度低，去溶效果较好，因此氧化物有所降低。但是在较低温度下，此情况不是非常明显
6. 个人感觉低温的时候，应该不是去溶剂，而是最大限度减少了较大的雾滴进入 PLASMA，这些雾滴中的溶质被电离的很少，但是水却被大量电离，所以会形成很多的氧化物干扰。

一零三、做质谱的朋友，你们的样品瓶一般是什么材质？一次性的吗？如果不是一次性的清洗方便吗？我们做 ppt 级的样品，用什么样品瓶好？大家给点建议

1. 玻璃瓶，去活的，用过后用洗液泡一下，再用超声波超半小时，一般可重复使用。用洗液洗完后，需要高温（300 度左右）烧一下。
2. 玻璃瓶，洗涤剂泡后去油脂，酸泡去金属元素，重复使用。也用过塑料瓶，只能一次性使用。
3. 医用的 PET 瓶
4. 塑料瓶，一次性使用。
5. 条件允许的话还是用 PET 的塑料瓶比较好。

6. 用 PTFE 材料的最好不过。用聚乙烯或聚丙烯的离心管效果也不错，不过要事先用硝酸浸泡。建议不用玻璃材质的，因为它的吸附能力较强，不适合做微量或痕量的

一零四、突然断电又马上来电，icp-ms7500 打不着火，是什么原因引起的？

1. 大功率电器设备就怕出现这种情况，因为这样很容易损坏电子部件。
2. 建议用假负载试试，看看 rf 发射功率有没有问题

一零五、循环水主要的作用是什么？冷却仪器的哪些部位？

1. 冷却炬管线圈，如果震荡电路采用大功率管，冷却水还要冷却大功率管。
2. 好象还有 sample cone and skimmer cone

一零六、大家做标准曲线的时候是强制过原点还是不过原点呢，如果不过原点，那么做出的标准曲线的 slope 是正值代表什么，是负值又代表什么呢？

1. 不过原点说明你没有进行空白校正
2. 理论上来讲应该过原点（元素的含量为 0，计数也应为 0）。在实际分析中有可能空白不平行，这时过原点反而标准曲线的线性会比较差，如果截距太大的话，低含量的样品就会出现负值。一般来讲，计数是随样品的含量增高而增高，所以标准曲线的斜率应该是正值；如果是负值，有可能是空白的计数比标准的计数还要高，也有可能是标准值弄反了。
3. 如果线性每一个点的权重相当（绝对权重），那么空白和其它数据点没有明显区别，因此不应该强制线性过空白，此时有可能出现负的截聚。

一般分析中，往往强制线性过空白，因为我们认为空白是最干净的基体，此时的截聚代表的是 BEC 空白等效浓度。

有时我们也采用过零点，往往是样品含量很低的情况（接近线性的空白），过零点可以保证所有的结果都为正值，（但是如果样品和空白相当，结果准确性自然就很差）

一零七、废液排不出怎么回事？都积在雾室里了。盘管没装错

1. 你把管子重新排一下，可能没有安装好吧，再有看看有没有漏气的地方
2. 如果没堵的话，将排液管的泵夹再调紧一点吧。
3. 排液管比进样管粗，液体流向应该相反，雾室一端排液管插入深度不行足够，雾室安装必须正确。
4. 我上次也是这样。结果发现把进样管当作废液管在用了。废液管的内径大，进样管的小。
5. 我想可能找到原因了，可能是因为出废液的一端，太长了，泵转的时候每次都把盘管的出液的一端从夹子上挤出来了，今天开机试一下，
6. 找到原因了，是因为接雾室出废液的接口的那个橡胶的东西老化了，出水小孔被堵了一些，导致出水不畅

一零八、ICP-MS 的指标中，有灵敏度 mcps/ppm amu 全质谱扫描少于 100ms 是什么意思？

mcps/ppm: million counts per second/ppm

amu: atomic mass unit

一零九、MS 在使用过程中为啥会造成炬管的熔化？在点火时是好的，可是用几个小时后，炬管会被熔化一小块。

1. 调整一下位置，气体流量

2. 看看射频线圈与炬管同心么，气体流量吧
3. 可能是因为 MATCHBOX 的耦合不好，或者是点火线圈和炬管的中心偏差太大造成的。

一一零、请问大家对测硅时的前处理有没有什么建议。因为这几天做硅一直做不好。水空白 1000 出头，用的是重蒸后的酸，背景还是很高，10%左右的硝酸的背景上十几万，盐酸要低一点，但还是很高的。大家觉得是什么原因？

用 CCT 嘛，我原来用环保接口跟你一样的现象，后来改用 CCT 测空白就只有 1000 左右了

一一一、热电的 X 系列，一直没有用，彻底关机两三个月了（泵也关了，所有都关了）。今天开起来，提示要进行 multiplier out gassing。不知道是什么意思。点了了 yes.然后也没什么反应。请高手指点？

看字面意思是倍增器要进行放气，除气作用

一二、我的 7500a 测得的 CRM 中 Hg 总是偏低.这样好危险啊,样品有可能超标.谁能帮帮我？

1. 先检查一下器皿,排除吸附的可能性,放置时间过长吸附也很严重。
如果是复杂基体,考虑处理过程是否有 Hg 的损失，排除以上可能，检查仪器测试条件（尤其是重质量数的信号）包括背景状况，再有问题就和仪器厂家联系一下。
2. 加点 Au 进去或许要好些

一一三、安装时工程师建议机子一直开着，如果这样的话，噪音先不说，光抽真空、风机运转、稳压电源的损耗都不小啊？！

1. 一直开机。直到停电。一般情况下都开机。除非长时间不用。比如放长假。
2. 应一直开着,除非有特殊情况!否则频繁起对仪器损害较大!
3. 我们的机子一直开着，因为它每次新开机都需稳定一天以上，你要总关机，那怎测样呀，老开老关那对仪器的各部件都不是很好
4. 如果每周都有样品要做的话还是一直开着把。
5. 一直开着吧，能源不是大问题，频繁关机会造成分子涡轮泵损伤

一一四、给纯化 HF 的对口瓶加过加热套如何设计的？

1. 对口瓶材质应该是 PFA 的,加热套需要有一个温度控制的,不要温度太高了。比较简单的。操作要在通风下进行，注意个人防护了
2. 我们用的是加热温带，温度只能到 80℃左右（温带长度控制）。另外加了调压器，温度变化很小。
3. 里面一层石棉布，中间电热丝，外面再包一层石棉布

一一五、我做的样品稀释 2000 倍，1%的硝酸介质，用 In 等内标，抑制到 30%左右，即基体 70%左右，大家碰到过吗？怎么样才能降低这种抑制性呢？

1. 我感觉你的稀释倍数足够了，考察一下你的样品吧，溶解是否完全
2. 一般基体浓度小于 200ppm 时，基体效应很小。
建议：只测定标准溶液时（没基体）内标强度是否稳定。
3. 如果样品是酸溶的话，稀释 2000 倍，基本上没有基体效应。
如果稀释 2000 倍仍有基体效应，你一定是用碱溶方法溶样，增加了 Na 或 Li 基体，从而产生基体效应

一一六、REEs 中 Gd157 偏高可能是什么的干扰呢？

1. 是 PrO 干扰，干扰比较严重。REE 测定中必须扣除的两个干扰是 141PrO—157Gd，BaO-Eu
2. Gd 是不太容易测准的，测试结果往往偏高。

一一七、仪器是热电 X7，做 cross calibration 时提示找不到足够的峰，什么原因？

是否低质量数灵敏度不够？加大低质量数元素浓度(加入所需低质量数的单标)。

一一八、刚装的 ICP-MS，使用过程中发现 Li 的背景很高，纯水中都达到了近 8000cps，而 1ppb 的标液也不过 14000cps，用 2% 的硝酸也洗不下来，请教高手是何问题？

而同时 In 和 U 的背景却很低，很容易洗下来。

1. 易电离元素在正常功率条件下空白的确较高，降低功率或采用高基体 Xt 接口会使其降低。
2. 你需要判断 Li 的背景信号来自何处，溶液中，进样管，雾化器和雾室，还是锥口；停蠕动泵可判断是否来自水中。更换泵管，清洗锥口，清洗雾化器和雾室，可以逐步尝试
3. 你把雾化气的流速往低调，一定能把背景信号调下来的。

一一九、ICP-MS 做纯金属中的杂质 Si，因为如果酸处理样品，硅酸是胶体，在测定的时候会不会造成结果的偏差？如果会有影响又该怎么解决呢？

1. ICP-MS 测 Si 误差较大，如果半定量结果可以接受的话，还是可以考虑的。
2. 是相当难，检测限很高，是 ppm 吧，硅需要氢氟酸来消解，一般来说，这种酸是不能直接上机器的，故不看好硅，卖仪器的是什么都做，呵做技术服务的就不一样了，会告诉你哪些能做，那些不能做，做硅最好是 XRF
3. 我用 ICP-MS 做过 Si，用 CCT。刚开始老是调不好，后来调好了，做几十个 ppb 也还可以，不过调 CCT 要一点经验。

一二零、用 ICP/MS 检测水样中的元素时，空白是用配标准品的纯水来做吗？还有我们作定量曲线的标准品配置时一般要加一点硝酸，那么空白跟水样品也要相应浓度的酸化吗？

1. 标准空白的配制和标准一样，比如说你的标准里含 0.1% HNO₃，那你的空白应该也是 0.1% HNO₃，并且要和标准一起储存起来。
2. 空白就是不加样品和标准的溶液，你做标准的时候，按照同样的操作顺序做一份什么都不加的溶液就可以了，用同样浓度的酸。记得要加内标，仪器在使用的过程中信号要发生变化，内标用于纠正仪器的不稳定。如果样品的 matrix 比较大，在空白和标准里面都要加 matrix。如果不大，就不用加 matrix。
3. 这其中有一个空白的问题，需要澄清一下：

您一直提到的空白其实是一个标准空白，就是标准曲线的零点，它应当是标准曲线的起点(理论上不一定需要通过零点)，这个空白的配置过程与其它标准溶液配置过程相同，只不过浓度为 0

在真实样品分析中，我们往往通过标准曲线的斜率得到一个灵敏度，这其实是标准曲线给我们最重要的信息，样品的处理过程以及仪器本身的噪声信号，我们通过去除样品空白来校正。如果样品和标准的基体不同，需要基体匹配或者内标校正，目的都是校正灵敏度的差异。您分析的水样，首先要看是什么水样，如果基体很高，需要内标加入。如果没有样品空白，那么直接由曲线定量即可。

一二一、Fe,Co, Ni 等的空白计数都在几万,甚至几十万,是不是有问题?

1. 你是用冷焰做得吗?

计数那么高应该是雾化器或炬管、锥的污染;或者你应再调调条件是否合适,点火功率是否还可以降低等方式。

2. 换成新的 XI 接口后情况好了很多,变为几千的计数,原先用的 HPI 接口,一直很不好啊

3. 如果不用 CCT,Fe56 的空白(纯水)计数比较高,约 100 万,Co59 比较低,约 100, Ni60 约 2 万,用 CCT 就低多了。

4. 你用的是 Ni 锥吗? 那镍空白肯定高。Fe 是由于 Ar O 5 6 所致。对于 Co 就不知是啥原因了,考虑以下污染情况。

一二二、用 ICP-MS 的冷焰测 K、Na、Ca、Mg 时做标准曲线空白的信号都很高,该如何解决?

1. 如果长期检测高基体的样品(如地质样品),那么很可能系统已被污染,空白会较高,检出限也会较高。

2. 本来这几个元素丰度都很高,仪器使用一段时间整个系统就会被严重沾污,另外分析用水及剂也会带来一定量值,因此空白高是正常的,只能是把条件控制一致了。

3. 一般来说试剂原因较大

4. 继续降低电压嘛,选低同位素丰度的质量数。

一二三、大伙有没有做过进样时硝酸浓度对测试结果的影响?看到一篇文献有讨论,他们建议用 1%的 HNO₃。我知道的似乎也有用过达 4%的。各位都用多大浓度的啊,浓度对测试的影响大不大?

1. 1-5%都没有太大影响。

2. 我们一般都用 2%的硝酸

3. 一般控制在 3%左右

一二四、对于质谱的内部清洗,截取锥,采样锥,透镜,不知道各位都是多长时间清洗一次。大家都说一下,包括主要做的什么样品,仪器的使用效率。

1. 灵敏度能达到要求就不用清洗拉。

2. 两个锥倒是经常洗,炬管和进样器也洗过,其他的就没洗过了。

3. 磁质谱除了锥要清洗,透镜一般是不要清洗的,除了提取透镜(一般是更换,洗了也没有用)。

4. 清洗锥用氧化铝粉就行。

5. 灵敏度没有影响就不要清洗啦,用氧化铝洗锥,因它是颗粒的,对锥也是一种磨损的

6. 锥可以用硝酸擦,炬管可以酸浸或煮,透镜有专门的沙质可以打磨,我指提取透镜

7. 不同仪器的设计不同,例如锥口大小,透镜在真空室内外等等,因此有的不需要清洗,有的需要清洗,频率也不同

8. 氧化铝主要是把锥打磨光亮,还有用酸洗

一二五、离子阱和四极杆作为分析器各有什么优缺点?

1. 离子阱的最大的优点就是可以进行时间串联,从而进行 MSMS。时间串联就是你选择一个母离子保留在离子阱里,给予一定能量打碎,获得它的二级质谱,然后这些二级碎片离子继续保存在离子阱里,你可以有选择的打碎特定的二级离子,得到它的三级碎片,依次类推得到多级离子。理论上可以做到 10 级,但实际操作一般只能打到 3-4 级。

这样在同一空间,依据不同时间得到二级或多级质谱称时间串联。而三重四级杆是空间串联。

2. 四极杆优点是扫描速度快,比磁式质谱价格便宜,体积小,常作为台式进入常规实验室,缺点是质量范围及分辨率有限。

用离子阱作为质量分析器,不但可以分析离子源产生的离子,而且可以把离子阱当成碰撞室,使阱内的离子碰撞活化解离,分析其子离子,得到子离子谱。离子阱不但体积小,价格低,而且具有多级质谱(MSn)的功能,因此得到了广泛的应用,但还有空间电荷效应,低质量截止等问题,使动态范围窄,不利于定量,因此,最近推出线性离子阱, Q-TRAP 型。

3. 离子阱绝对适合作科研,因为 MSn 非常有吸引力,给出的谱图信息非常丰富,串连四级杆无法满足。

但是从定量角度来讲,串连四级杆可以同时测定,线性范围和精度要好的多,更重要的是法规要求。

一二六、各位高手,我最近看了一些有关 ICP-MS 原理的一些书,其中有一些东西不大明白

1. 什么是射频? 射频发生器起什么作用,对 ICP 有什么影响?

2. ICP 中载气流、辅助气和冷却气可以是同一种气体吗?

3. 反射功率是什么意思? 它逐渐增大是什么原因造成的?

1. 提供高能量的高频电能,说到底就是一个高频振荡器。

2. 一般 ICP 中的三种气体都是用的氩气,有时候为了做有机样品,会加入附加气体氧气,帮助有机物分解;还有些 ICPMS 用 He 气做载气,不过成本太高,只用于做一些特殊的样品。

3. 高频电能通过耦合线圈产生高频电磁场,从而输送稳定的高频电能给 plasma,但是耦合线圈并不能完全吸收所有的功率,就会有部分功率被反射回功率放大器,这就是反射功率。反射功率增大的主要原因是由于 plasma 不稳定造成的,具体因素可能是炬管粘污,锥脏了,高频屏蔽不好,功率放大器工作不稳定,耦合电容不稳定等等。

一二七、什么是采样深度?

1. 指采样锥孔与焰炬的距离,影响灵敏度的一个重要参数,ICPMS 上仪器都会有的。

2. 有的公司的是计算机里调整的,有的仪器是手动调整的,手动调整的没法读出具体数值

一二八、有作铂族元素的朋友吗? 都用什么方法作? 本实验室用火试金或酸溶结合碱融作地质样品, Te 共沉淀富集。

1. 镍铈试金一碲共沉淀法。

2. 王水消解阴离子交换树脂分离后测定。

3. 我一直从事这方面的工作, Pt, Pd, Rh, Ir, Os, Ru 都做过。Pt, Pd 铅试金, Rh, Ir 试金或碱熔。

4. 一般地球化学样品采用硫镍试金等,但矿石样品就不用那么复杂了,有人只有王水溶解后分取稀释直接上机的。但我的经验看,碱熔、树脂分离结果较理想。

5. 火试金对超基性岩(IPGE 较高)和矿石样品问题不大,但对基性岩(如玄武岩,辉长岩等)IPGE 低于 0.1 ppb 时有困难。

矿石样品王水直接测定,我想也仅限于 Pt 和 Pd,其他含量太低有干扰,结果肯定不好。

Na₂O₂ 融解矿石样品(一般为铜镍硫化物)要注意反应非常激烈。

阳离子分离,回收率高,但样品量不可能太多,以为大量基体元素被树脂吸附。阴离子交换主要存在回收率问题

6. 酸度控制好了,阴离子富集的回收率还是不错的

一二九、热电 X7，最近发现背景下不来，进纯水样高达 20 几万，同时 U 也高，其它重元素也高，不知什么原因？

1. 先把雾化器,雾室,炬管,截取,取样锥等拆下来清洗一下,装上再试一下

如果不行的话就要找工程师了

2. 调一下门坎电压的数值,调到 220 不超过 20 就可以了,自己试着调一下,220 在 0,偶尔蹦到 20 就行了,没必要找热电的工程师,不过在维修期内可以找高工,这样可以从他们那学到更多的东西且不用交学费,过保修期恐怕就不行了

一三零、做样时灵敏度不断下降是怎么回事啊，而且对基体的响应及其严重，锥腐蚀的速率也在加快，10ppb 的标样内标甚至都会抑制到 90%！

1. 主要应该是溶液中离子浓度高、酸度大的原因吧，但内标降至 90%可以说比较正常，据有关资料，在 60%以上都是可以正常应用的。

2. 是啊，问题不是很大，有可能你的样品中盐的浓度太高，锥口容易沉积，但你说的 90%应该没什么问题

3. 样品浓度太高了吧

一三一、现在老打雷,电压不稳,突然停电等导致仪器停机 ,对仪器究竟有多大损害?一定得配 UPS 吗？

1. 突然停电很容易导致电脑硬盘损坏，那时你正在做的甚至以前做好的许多工作成果可能毁于一旦。选用 UPS 一般要求功率大于设备功率的一倍。UPS 有后备式与在线式的、短时和长时的、功率大小以及品牌等等不同，价格会相差很多。

2. 突然停电会伤害泵，一定要配，否则以后成本会较高。

一三二、请问大家用的样品瓶都是怎么处理的？新的或旧的，玻璃的或者塑料的？

1. 用 1:1 的硝酸浸泡 8 小时，取出后用纯水洗净。

2. 用得着那么浓的酸吗？？ 我们都是用 10%的，浓度太大怕万一溅到出事故。

一三三、很多元素的空白特别高,比如 Fe54 有 100,000 多,而 Ni 有 10,000,所以不一定是从锥上下来的吧?而炬管是新换的,雾化器也刚洗过,而且蠕动泵停掉也没大的好转?那还可能是哪里的污染呢?

1. 你用的是什么接口的?X-I 如果是新锥你那个背景应该算是正常。如果你所测样的酸度不大用一段时间背景会洗下来的。

2. Ni 偏高了，最近做过什么样品，多用酸洗洗

3. 把锥取下来，用 400 目的氧化铝擦洗，最后冲洗、烘干，装上再试试。

4. 可以关闭 slide valve 判断空白是否来自锥口

5. 提取透镜 (extraction)脏了，需要清洗。

6. 用 Pt 锥,用冷等离子测 Fe,应该不会那么高的。

一三四、我是 Agilent7500a 的新手，有个小问题想请教一下大家，就是巴宾顿雾化器凹槽外的地方可不可以用棉签擦拭？雾化器超声后表面还是会脏脏的

1. 应该可以擦的，但是超声清洗后依然是很脏估计擦也没有什么用。

2. 超声的同时加点有溶进去

一三五、如果方法文件没有保存,样品数据还能处理么?

建立一个和你原来测定一样的方法,试试能不能把你的数据文件调出来。

一三六、我对 ICP-MS 做 cross 校正,平均值的确是象工程师说的在 20000-30000 之间,可总是显示失败,说什么没足够的峰,请问大虾们这是怎么回事?做这个校正要多大浓度的调节液?说明书上是用 50-100ppb 的,工程师做的时候是用 25ppb 的

1. 校正倍数不同仪器会有所不同,校正的时候需要测定足够多的元素,所用浓度不是固定的,取决于仪器灵敏度。
2. 应该用 50ppb。如果接了内标混合器,那两根管子都要插入调试液中。另外,在做 CROSS 校正前最好先做一下 MASS 校正,看看是否因为谱峰偏窄而导致灵敏度下降。

一三七、样品锥和截取锥上的积碳如何处理?还有 injector 的喷嘴处变白,而且变的毛糙.各位有什么建议?

1. 我们直接用稀 HNO₃ 棉签或脱脂棉擦拭,很容易就擦掉了啊。 没用过进样器,不太清楚
2. 与 HPLC 联用时,如果有机要成分较高,可以在氩气中添加一定比例的氧气这样可以解决在锥孔积炭的问题。至于具体操作如何加,应该加多少,最好咨询下仪器厂家的应用工程师。

如果你上面的积炭用擦洗的方法实在不好除 可以试一下把锥取下来烧烧的方法

一三八、我用的热电的仪器为同时型检测器,现在用到 3500 的电压时每加上 50 记数才上涨 2000 左右,我想问以下检测器能用到多少

1. 检测器电压不能大于 4000V,如果电压加到这时,灵敏度还是上不去,估计你要换检测器了。
2. 仪器灵敏度是一个综合性评价指标,除主要与检测器有关外,还与锥、雾化器、离子透镜等有关,因此要在这些部件均为最佳时再来确定检测器是否是处于极度衰老状态。热电仪器配备的检测器一般正常电压范围为 3000-4000V,3500V 电压一般应是很正常时期。但也不排除极个别现象。
3. 3500V 可能不在检测器电压平台上,你有关用调试液查一下检测器电压平台参数。
4. 如果检测器电压处于平台期,自然怎么增加,灵敏都不会发生很大变化

一三九、ICP-MS 中冷却循环液的温度一般是多少?

1. 你是指循环水吗? 一般设在 20 度左右。冷却雾化室是用的半导体制冷技术,一般设在 2 度。
2. 20 到 25 摄氏度之间
3. 一般在 20 度左右吧,仪器不同略有差别,这个问问仪器工程师就行了。
4. 我们的仪器循环水一般在 15_20 之间

一四零、请问用 ICP-MS 分析血清中的元素,直接稀释方法测定结果如何?

1. 直接进样的话测量效果比较差.用 MCN6000(膜去溶进样装置)的话应该可以,不过我没试过.还是溶样品
2. 消化效果好一些。
3. 和标样要匹配得好一点
4. 不用消化,只需补加些硝酸。

5. 2%硝酸直接稀释 10 倍

一四一、做完样品后洗了将近半个小时,45 的计数还有将近 1000,不知道是不是正常?

1. 可以用 3%的硝酸洗, 很容易洗下来。
2. 检查一下低质量数的峰宽, 应为 44 有 N₂O 的干扰, 所以本底很高, 如果峰宽调的太大就有可能被 44 影响。

一四二、用 ICP-MS 测 B、Ge、Sn、Zr, 有什么好的制样方法吗? 以前用 ICP-MS 测稀土元素, 酸溶法。在测上面四个元素时候, 标准曲线变化太大, 推断是处理方法问题。

1. 标准曲线和制样过程无关, 估计是你标准溶液的配制问题
2. 稀释 30%硝酸, 也有人用 50%.定溶 2%硝酸
3. 酸溶的 Zr, Sn 不完全。B 容易污染, 特别是有玻璃器皿的时候。
4. 在标准液配制的时候保证浓度的适当, 不要太高, 还有尽量一次配制完
5. 这几个元素用酸分解很可能会损失或分解不完全: B 在有 HF 时会损失, 需用磷酸保护; Ge 在有氯离子的情况下会损失, 需用氟离子保护, 锡石、锆石根本不溶于酸。因此这几个元素要分别处理 或 用碱熔提取后酸化来做。

一四三、ICP-MS 机器运行 12 个小时后,在进样进行分析时,操作界面出现"the scan is stopped in data acquisition,please restart or connect the company tech.是质量分析器的原因,还是检测器,还是软件?

1. 主要可能是软件出现问题,(或接口等),使数据采集发生中断,可重新启动计算机或重启 service 予以证实
2. 你的 GPIB 卡的供电电源出现小问题, 导致数据采集瞬时中断, 重启可以恢复。但实际是你的仪器需要维护, 主要是仪器内部灰尘需要清理。

一四四、实验室一般洁净度多少级?

1. 其实 10000 级已经足够了, 在要求不高的情况下普通房间也是可以的, 但最好还是放置在洁净室内比较好,关键是前处理间的洁净度级别,因为仪器的要求只是关于最高湿度(70%左右)的要求,而前处理间是样品敞开式停留时间最长的,所以前处理间的级别才是最主要的
2. 实验室一般是 2000 级, 如果要做铅同位素的话, 要达到 500 级是最好。操作台要达到 100 级。

一四五、实验室一般是 2000 级, 如果要做铅同位素的话, 要达到 500 级是最好。操作台要达到 100 级。

三套国家一级标样应该够了 (GSD、GSR、GSS)。

一四六、标准曲线 0, 1, 2, 3, 4, 5ppb, 线性只有 0.995, 1, 2ppb 时响应值偏低的很严重;仪器连续测样时信号漂移严重;塑料进样瓶用过后就用清水冲洗然后用 10%硝酸一直浸泡但有时会遇到洗不干净的情况, 是否需要刷子刷牙?

1. 是容器吸附 还是进样系统和雾化器吸附? 如果是后者 看到过有人建议用大概 1PPM 的金溶液冲。说是效果不错!
2. 进样瓶是聚四氟乙烯的, 应该不会有这么强吸附, 进样盘管换一个, 雾化器, 雾室 炬管, 锥等统统洗一遍看看

3. 加点金吧。效果会好很多

4. 我认为并不是仪器的漂移问题，你的仪器是不是被高汞样品污染了，本底高的话线性是
不好做。另外你的标液是现配的吗？ppb 级的汞很不稳定，加点金溶液可以大大改善，我们
实验室的汞标液一般最少能用一个星期，甚至两至三个星期呢（线性都在 0.9995 以上）

一四七、最近用 ICP 做矿石样，用标准加入法测得线性还可以，但是用内标法测得的工作
曲线不太好。而且我发现很多定量分析都用内标法。为什么采用标准加入法的不多呢？

1. 用标准加入法可以很好地克服基体匹配的问题，矿样的基体比较复杂所以用标准加入法
好一些，对于背景简单的样品内标法简便一些
2. 如果用内标法首先要保证你的样品基体中 不含有你选择的作为内标的元素。
3. 个人认为首选内标法，实在不能克服基体才用标准加入法。太麻烦了，样品多就没辙了。

一四八、我用 6ml 硝酸在微波消解器中做 PP 塑料的前处理时，消解液很清亮，可是当移
入容量瓶加超纯水后，溶液就浑浊了（可以排除其他污染）随着加入的水增加溶液浑浊度
增加。最后溶液的酸度为 6%左右。请那位告诉我是啥原因，如何解决？

1. 可能是消解后一些物质在不同酸度下的溶解度不同,可以先加入一定量的水,然后过滤,滤
液应不会再浑浊,注意将滤纸多洗几次后定容。
2. dr 原来消解生物样品的时候，如果消解不完全，加水会有浑浊出现 。你把酸量加大一
些试试，看是不是没有消解完全。

一四九、我们用标准加入法和标准曲线加内标分别作了 ICP-MS 测海水中 Cu Zn Cd 的，
不同同位素测出来含量差别较大，现在没有标准物质，请问哪位做过海水，给点意见，分
别选择哪个质量数？

1. 没做过海水 感觉 Cu65 Zn66 比较合适。至于 Cd 的比较麻烦点。比较常用的好像是 111,
但 111 也受到 Mo 等 氧化物的影响。自己做下实验，看 Mo 对 Cd 的影响是否可以忽略。
否则自己还要编辑校正方程。
2. 6 3 受 Na23Ar40 的干扰，海水中 Na 是大量的，故不推荐 63. 如果有碰撞池，可以加
入碰撞反应气体来消除氩的干扰
3. 有碰撞池的最好用碰撞池消除干扰，没有的话你加标回收一下看那个质量数的回收情况
好一些，另外一般测量出的低结果比较可靠，高的结果有可能有干扰。
4. Zn68，没有问题。

Cu 65 干扰虽小，但有 ArMg。

Cd 有 Mo 的氧化物干扰，干扰比较小。

所以 Cu 和 Cd 最好用碰撞池消除干扰，由于质谱干扰是加和性干扰，用加标回收看不能说
明问题。

一五零、用过热电 X7 的吗？最近点火老点不着，并且开机前的 load 参数为 255，这是怎
么回事呀，load 和 tune 是什么东西？

1. 检查软件上方的炬箱调谐位置，LOAD 和 TUNE 应不为 0 或 255，如为 0，则进入
Advanced 将其改为 100(密码为 iknowwhatiamdoing 或 vgengineer)，如为 255 则与工程师
联系。
2. 我们的仪器原来也出现过这样的情况,最后查明是氩气的纯度不够.load 要是 0 的话就象
前面人所说的,在 advanced 把 load 改成 100,打上对勾,看 load 值有没有变化,若不是 0 了,
就再把对勾勾掉,关闭整个软件,要是这样还不行就把仪器后面打开,有个通讯的线,拔下来再

插上就行了

一五一、测铜有时候很不准,高浓度的点和低浓度的点差很多。

1. 重新做一下 cross calibration(THEMO),A/F calibration(agilent)
2. 估计是 Cu 标准溶液的问题。个人经验感觉 Cu 标准溶液容易污染,宜现配现用。

一五二、用“Time Resolved Analysis”,即:时间处理模式采集数据时,能否将 integration time 改为 1ms (之前是用 0.1s)

1. 积分时间 1ms,太短了把,我一般都是 80ms
2. 积分时间不能设那么短的,0.1S 积分时间已经满足联用需求,注意用时间分辨模式时 用单点扫描。4500 不能处理数据, 要处理数据要装一个 7500 的软件,

一五三、用 ICPMS 测海水中的重金属该如何处理样品? 包括样品的稀释,质量数的选择等

1. 酸化,过膜。注意 硝酸和器皿一定要干净。硝酸建议用重蒸后的。国产酸仍然比较脏,一般采用十倍稀释的方法来做。
2. 你测的是 重金属 说实话不管是 ORS, DRC, CCT 作用都不是太大, 反应池对 85 以下质量数效果比较好。cd 111 会受 MO Zr 等氧化物干扰,可以编辑校正方程。Pb 最好用 206+207+208 ,Hg 202.

一五四、我是做有机质朴的,我们的质朴绝对禁止无机的东西进去,因为无机盐类不挥发,会污染质朴里面的。那么无机质朴又是怎么克服这个问题的呢?

1. 无机质谱的样品处理一般经过消解,有机物残留很少,经过 ICP 会完全分解。
2. 无机质谱进入仪器内的离子非常少,而且很快被真空系统抽到外部。当然如果很长时间做高基体的样品仪器内部还是会被污染的,这时就需要清洗四极杆、离子透镜了。
3. 所有的质谱耐受盐分的能力都是有限的

有机质谱和无机质谱的离子源温度不同

有机质谱离子源温度较低,无机盐无法分解,因此沉积现象会非常严重。

无机质谱高温源可以使大部分无机化合物解离,但是依然会有部分氧化物沉积于锥口附近,因此接口需要经常清洗。

一五五、我想测定土壤和矿物样品中的 Pd,有没有人做过的阿? 用不用考虑 105Pd 受到 65Cu40Ar 的干扰? 因为样品中的 Pd 浓度很低的,我打算先不考虑直接用标物前处理后测定,看看结果是不是在许可的范围内

这种 Ar 基的干扰比例不高的

0.5%NaCl 溶液中, ArNa 对 Cu 的干扰在*~**ppb 量级

您可以大概估算干扰水平

Pd105/106 两个同位素的结果对比也可以反应干扰情况

一五六、我公司的 ICP—MS 刚买不久,但感觉仪器信号飘移特别厉害,虽然加入内标能校正飘移对结果的影响,但觉得还是有不少误差。

仪器预热 30~60 分钟后进行测定,但是在 30~60 分钟内仪器信号可以飘移近 50%,通常是正飘移,究竟是什么原因造成的,不知道是不是检测器电压设定太高导致不稳定呢?

1. 这样的仪器稳定性,您还是应该先解决仪器的问题为好
如果实验室条件没有发生变化,那么应该请工程师逐级帮您排除问题。

可能的原因很多：

- 1 真空条件不稳定
- 2 进样系统不稳定
- 3 电子学参数不够优化
- 4 四级杆调谐不稳定
- 5 检测器性能不稳定

2. 我公司的 ICP-MS 近期也存在信号漂移问题,负漂移,约 10%。我怀疑是进样系统的问题

一五七、样品和工作曲线中加 0.2%硝酸主要是防止盐分在 MS 析出或者在玻璃管壁吸附吗？假如样品的盐浓度本身就很低，而且是现配现测，是否就没必要往样品和标准中加酸了？

1. 加酸不是唯一的，有时也可能加碱，如氨水等，我想主要目的是为了使所测组分更加稳定，创造一个良好、一致的测量条件使结果更加稳定可靠等。
2. 加酸可以一定程度上抑制样品存放过程中沉淀生成。

一五八、大家有没有用 ICP-MS 做血样中微量元素的？我用的是 Agilent7500a，做了好长时间结果都不好，Fe 总是偏低，内标 Sc 的回收率好低，而且不能固定选一个内标进行元素的测定，比方说，今天我用 209 做 Pb 的内标，质控的值很好，但隔天做用 209，Pb 的质控值就低很多

1. 血样还是重点看消化过程吧，一般基体影响不太大，Fe 你是用冷焰作的吧，Sc 本身电离的不好，信号不是很稳定的。
- 至于 209 内标校正 Pb 的测定不稳定，或者是仪器的质量数有所漂移，或者是 Bi 的溶液水解导致不稳定。
2. 血样直接稀释测定，有机质没有被消化，粘度较大，导致进样管道记忆效应严重，测定效果不好。应该用 HNO₃ 封闭溶样消化有机质，这样稀释倍数可以降低，测试效果好。
3. 我做血清，现在还在建立方法阶段。文献有用 10%氨水和 EDTA 做的，加 0.01%TritonX-100，在稀释剂中加 1.5%正丁醇对 As 和 Se 会好一些。
4. 用 1%的硝酸不会有沉淀，但很多元素的日间精密度很差。我也试过 Agilent 文献所用方法，不过我没使用碰撞池反应气，做的结果也不是很好，和文献相差甚远。

一五九、请问 Icp-MS 测 Hg 效果如何，检测含量范围有多大。

1. ICP-MS 测定 Hg 的范围可以低到 ppt 级，不过样品的处理和介质很重要，不然偏差很大，记忆效应也很大。
2. 测 Hg 很麻烦,主要是记忆.用碱性溶液洗才有效.
3. 一般来说作 10ppb 左右或者以下的比较好，因为记忆效果很大，做完了要清洗很场时间。可以用稀释的作，用金来洗比较好。

一六零、现在在做的是矿样中的 Au，火试金前处理，测标样结果总是比准确值低，为什么会这样？

建议用这个标准样品同时做一个后加标，若加标回收率好，说明不是 ICP MS 的问题，若不好，考虑换用其它的内标元素处理你的数据，若样品中含有该元素，结果肯定偏低。

一六一、测量金属镓中的 Cd 采用那个质量数较好，因为 114、112、111、113 级各测量出的结果相差较大最小的 114 没有而 111 却又 5.3 左右的样子

111 是干扰较强的同位素，结果一定偏高

114 的结果相对最可信，113 则存在 In 同位素重叠的干扰问题

一六二、测量金属镓中的锗用哪个质量数较好？72、74 因为这两个的结果相差较多

Ga71 的同位素对 Ge72 产生的叠加干扰水平在 ppm 量级左右

一六三、如何测定铝锭中的微量元素，如何取样？

1. 最好采用类似线切割等设备，或者锯条等切割小块试样用于试验，采用钻、车、刨等加工方式容易使微量元素从基体脱落。如果无法做到的话，必须使用钻头的话，尽量使用 25 以上的大钻头，慢速钻取，混合均匀。

2. 1.从该批铝锭上、中、下部各取一块铝锭（当铝锭散开，分不清上、中、下时，则将该批铝锭重新堆垛，再从上、中、下各取一块铝锭）。

2.采用钻孔法取样，钻孔时采用 Ø15~Ø20 的钻头（用乙醇作润滑剂）。

3.在铝锭的正面，沿其对角线钻三处，一处为中心，另两处各距角顶 100mm，钻孔深度为厚度的 2/3（钻取试样时，必须先清除表面氧化层，其厚度不小于 0.5 mm）。

一六四、我的样品是固体，所以用 $\text{HNO}_3:\text{HF}:\text{H}_2\text{O}_2=1:1:50$ 的比例的混和酸 250ml 来溶解 300 克的样品，最后蒸干，再用 2ml HNO_3 和 8ml H_2O 定容，最后进样，测量。但是出了个问题就是，我引入的所有酸和水里面的金属含量，大大的超过了我要分析物质中金属的含量，（我分析的物质中金属含量一般为几个 ppb）。

1. 我要测得是很多种金属元素：钠、钾、钙、铁铜锌等等，样品是一种耐酸碱的半导体，我们用那么多酸就是想通过浸泡把它表面的金属杂质溶解下来。我们现在用的是 UP 级的酸了。

2. 建议你用别的方法来做这种表面耐酸碱的半导体，想 ZnO 什么的，你的金属含量已经是在 PPB 了，再溶解，稀释，根本没有办法做，ICP-MS 检出限一般也就是 PPT 了，在受环境限制。我个人认为用 ICP-MS 没有什么办法。好像有研的工程师就用 AGILENT 的 ICP-MS 做硅片表面污染，效果不好。

3. 待测物是几个 ppb，若指的是浓度，使用高纯酸引入背景也只有 2.5ng/mL，也应该能测定。若指质量分数，我的计算更加没错。测不出来的原因只有一个，就是使用的酸不是“最纯的酸”。

一六五、我用有机溶剂稀释，直接进样是否可以？或者其它的方法更为适宜？

1. 可以直接进样的，但是应该需要辅助的氧气，不然会积碳。还是消解后进行分析好了。消解可以采用微波消解，按照厂家提供的条件处理一下，效果不错的。

2. 最好低温挥发至干，硝酸，高氯酸分解。最好加内标。

3. 真空蒸馏除去挥了性有机物，硝酸+双氧水消解

一六六、ICP-MS 样品前处理的目的是什么？如何做呢？ICP-OES 是为消除光谱干扰，MS 是为了什么呢？

使之变成均一分散的溶液。避免 质谱干扰如形成多原子离子。。和 OES 处理过程比较相似吧。 普通的样品前处理就是指样品的消解过程。

一六七、如何将试样的测量信号转换成被测成分在样品中的浓度？

跟标准样品对照或用标准曲线法算出。

1、用内标法测样品

例：标准样品的配制：精密称取 98.54mg VE 标准品(含量为 99.3%)于 100ml 容量瓶，用含 1mg/ml 内标物 C32 的正己烷稀释至刻度。可算出 VE 标准品的浓度(即标浓度 1)为 0.9785mg/ml；

样品 1 的配制：精密称取 96.13mg 样品于 100ml 容量瓶，用含 1mg/ml 内标物 C32 的正己烷稀释至刻度。可算出 VE 样品的浓度(即样品量)为 0.9613mg/ml

样品 2 的配制：精密称取 90.10mg 样品于 100ml 容量瓶，用含 1mg/ml 内标物 C32 的正己烷稀释至刻度。可算出 VE 样品的浓度(即样品量)为 0.9010mg/ml

2 标准曲线法：

例：原子吸收光谱测样

用高纯试剂配制数个与待测样品基本相同的标准溶液，在给定的实验条件下，测得其吸光度 A。

以标准溶液中待测元素的浓度 C（或百分含量）为横坐标，以吸光度为纵坐标，绘制 A-C 标准曲线。

然后在相同实验条件下，测量样品试液的吸光度。根据测得的吸光度由标准曲线求出试样中待测元素含量。

一六八、样品液比较少大概只有 200uL,应该怎么办啊？

1. 我用的是耐 HF 酸的装置，进样量非常少，和标准进样系统的区别是，把雾化器的进样管改成最细的一种，进样不用蠕动泵
2. 雾化器也要换的，PFA 进样系统的雾化器自然提升速率一般在 200UL/MIN
3. 如果特别配置，最低的进样量可以达到 50 微升/分钟。
4. 建议设置参数后用标准溶液或者加入样品基体的标准溶液试验

一六九、ICP-MS(热电 POEMSIII)三级真空抽至 1E-5Tor 后便会反弹，压力回升，估计为漏气，但检查门阀、真空规，尚未找到漏气点。

原来是机械泵工作不稳定了

一七零、x-7 plasma service 无法开启，诸位都是如何解决的？

- 1、你先在热焰下，调节好灵敏度，注意：低、中、高质量数的灵敏度要一致
- 2、点开 instrument 图标，若在 advanced 中 screen is grounded 改为 floating 并选择最近的 mass cal 为当前设置
- 3、创建一个新的 experiment 做 mass cal,选中将当前热焰 setting 设置，analyte 中选择 Li,U 然后 queue,即可

一七一、如何判断质谱干扰的存在和加标回收率低的问题？

质谱干扰一般均为正干扰,也就是说在没有该种元素存在时在该元素同位素处测到了它.加标回收低主要是和你处理样品过程有关,损失挥发或形成沉淀等等.

一七二、用四极杆 ICP-MS 测定砷时，Cl 干扰如何排除和校正呢？砷是单同位素的元素。

1. 通过 Cl³⁷Ar⁴⁰ 即通过检测 77 质量数 来校正 Cl³⁵Ar⁴⁰ 产生的干扰问题
2. 可以参照 EPA 方法

$As75 = I75 - ArCl75$

$ArCl75 = ArCl77 \times Cl35/Cl37$

$ArCl77 = I77 - Se77$

$Se77 = c1 \times Se82$

$Se82 = I82 - Kr82$

$Kr82 = c2 \times Kr83$

3. 如果样品中主要只含有 CL,EPA 的干扰校正方法可行.如果样品中另外含有大量 Ca, 等, 则需要考虑 $40Ca35Cl$, $40Ca37Cl$ 的干扰.

一七三、本人最近使用 **agilent7500ce** 测定海水中重金属, 在采用标准加入法做工作曲线时发现标准区县中内标元素的测定点总是不能很好的重合, 有点象进样流速不稳时的情况, 但是调节了进样泵后依然出现这样的问题。

1. 有可能是内标混合不均匀, 换个三通如何
2. 会不会是盐的干扰问题, 海水样品中的盐浓度超高的, 不过应该不会偏离太大, 正负应该在 10%左右吧, 太大就要看你的内标液配置是否有问题了, 还有可能是样品污染问题, 很多方面呢, 自己把每一步可能出现的问题逐步排除一下, 应该能找出原因的。

一七四、溶液为 0.5M H_2SO_4 +0.5M 甲醇,想看看是否存在 Ru 元素最好能定量.Ru 是痕量的,可能以 RuO_2 的形式存在.

1. Ru 不是离子态的吗,如果是那还是很方便测试的
2. 先定性看看有没有 Ru.Ru 溶在 HCL 中.往样品中加些 HCL(5%),在稀释 100 倍,然后上机.在调机的界面(tuning)就可直接看 Ru 的信号,Ru99, 101, 102. 没有其他干扰,这三个同位素信号比应该接近其天然同位素丰度比值 (12.7%:17%:31.6%). 同时用一个干净的水样看看仪器空白.

要定量,要有标样. 外标或标准加入, 注意样品基体较高.

一七五、溶剂只用 DI 水而不用酸可以吗?是否一定要酸才能雾化?

可以不用酸做介质啊, 不过加酸后可以减少容器壁对微量元素的吸附, 特别是玻璃容器, 用塑料或 PTFE 要好多。

一七六、今天开机后点火, 总是刚点着就灭了, 一直点不着。

1. 将氩气压力调大一点, 把锥和炬管从装一次。
2. 可能是氩气不纯, 也可能是锥没有装好。
3. 一是点火过程中的真空度不够.如果真空没有问题,看看电压,你的输入电压与仪器内调试电压看差别大不大,如果超过 10V 点火就不是很顺利.
4. 可能真空有问题的说 或者是炬管之类的内有较少存液

一七七、样品预处理需要粉碎, 粉碎是否应该放在化学操作间? 会不会影响化学操作间的洁净度? 我们实验室设计是一万级的。如果不放在洁净室中, 样品在粉碎过程中是否可能会污染?

1. 粉碎样品最好有固定的通风柜, 洁净室一般不会设粉碎间的, 在粉碎缩分的时候, 肯定要对所用工具进行清洁, 当然要注意在粉碎期间的沾污情况。
2. 只要注意, 在一般的通风柜应该没问题, 最好是专用的粉碎处, 但你们领导建议在净化间粉碎, 那就专门设一通分柜, 不要污染了净化间的其它样品

3. 只要注意，在一般的通分柜应该没问题，最好是专用的粉碎处，但你们领导建议在净化间粉碎，那就专门设一通分柜，不要污染了净化间的其它样品，

一七八、MS 的稳定时间究竟有多长，4 小时以后，Cu 的浓度 3PPb 变为 20PPb，重质量数变化不大，轻质量变化大，特别是 Cu。大家出现过这种情况吗？

1. icp-ms 长期稳定性还不错，验收时 2 小时的 5 种元素的计数 RSD<3% 你测的 Gu 的浓度增大，是不是你的样品溶液有所变化呢？
2. 锥的问题
3. 如出现此现象,可将锥取出清洗或换新锥.

一七九、channel 和 sweep 是什么意思，一直没搞懂。这两个参数的设定对测定没什么影响吗？

channel 是指每一个元素取多少个点来测量，一般采用跳峰为 1-3 个，如果扫描用 20-40,sweep 是指测定的次数，如果是 10 就是测定 10 次.

一八零、我在测量金属镓样品时，测量样品的空白和样品 Ni 都非常高，而测量水却没有问题，地二次再测量时，刚测完样品又重新测量曲线空白却高达 0.8 8，1 ppb 点却高达 1.6 7，不知为何？

1. 重新测定结果有可能受到系统粘污偏高,很正常
2. Ni 背景本身就比较高吧，主要是 Ni 锥原因吧，换 Pt 锥试试看。

一八一、请教各位大虾，在环境系统中碰装反应池作用大吗？

1. 如果您测的是 K,Ca,V,Cr,Fe As Se 等元素，用碰撞池或者反应池技术有很大的优势。
2. 还有就是像海水那样基体复杂的样品也要用到碰撞反应池技术
3. 基体较为简单时，如果不分析痕量的 K Ca Fe Se，碰撞反应池作用不大。

当基体较高时，尤其是样品成分非常复杂的时候，会产生较多的干扰，不用碰撞反应池会导致多种元素测量结果由于叠加干扰而偏高。

一八二、是不是无机质谱都是与 ICP 等分析仪器联用的，不能单独地用无机 MS？而有机质谱则是与色谱联用？如果不是这样，那它们是怎么用的？

1. 无机质谱分析元素总量

有机质谱分析有机化合物

ICP 是无机质谱的离子源，就像 EI/APCI 作为有机质谱源一样需要分离各种成分就在前面连接色谱使用。

2. 无机质谱顾名思义主要用于无机元素分析.
有机质谱则主要用于有机化合物的结构分析与分子量的确定,通常它要与 IR(红外),UV(紫外),NMR(核磁)结合起来进行结构剖析.

一八三、最近碰到一些样品需要检测 Si，但是我连基本的校准曲线作的都很差，麻烦各位达人请指教：我使用的是 7500cs。应该使用什么手法做检测呢？

有人做过磷(P)的碰撞反应池检测吗？是检测 31 还是 47 呢？如果用冷激光模式，能够达到多大的检出限？

1. Si 的实验没有做过。但是 P 的检测做过，选用 31 或 47 都有文献报道。如果用 O2 做碰

撞气,当然测 47。如果用 He、H2 做碰撞气,可采用 31

2. 冷激光模式做 P 可能不会太好,毕竟 P 的电离能很高

3. 首先必须避免污染,并且用 99.999%的 Ar.在常规模式下, Si28 的 BEC 大约为 50ppb, DL<1ppb. P 在常规模式下则非常差。要达到更好的效果, Si、P 均用 H2 为 ORS 气体。

4. 不知道你有什么样品,如果是硅酸盐类样品,消解的时候用到 HF,生成的 SiF4 是挥发性的,可能有损失,这个可能是校准曲线作的很差主要原因吧。好像用碱熔可以避免这个问题,理论上应该是可行的。测 P 的话应该问题不大,可以将所有的干扰元素检测一下,排除叠加的部分再试试。

5. 我觉得还是得看是什么样品,如果主含量是 SI 可不可以考虑用其他的手段来测定啊,如果不是,要重点优化你的样品处理方法和仪器条件(标准曲线很差)

P 的测定,我个人了解,用 ICP/MS 做的效果都不是很好,你要了解一下 P 的结合形式,是单质还是氯化物什么形式,如果是化合物的形式可以考虑用 GC 来解决

6. 你具体样品是什么?样品如何处理的? 监测范围多少?

Si28 受到 N14N14 和 C12O16 的干扰,Si29 同样受到 14N14NH 和 12C16OH 的干扰.

P31 受到 14N16OH 的干扰.这些干扰来自,Ar 气(N2,O2,CO2 etc),水,HNO3,等.

7500cs,H2 部分可以消除 Si 的干扰,背景 (BEC)可以 1~2ppb.调的好,BEC~0.5ppb, DL~30ppt. 调机时用 DIW 检查背景,Si 标液看灵敏度,maximize sensitivity, minimize background.Si 信号不稳,点火后多烧几个小时在测.

H2 对 P31 的干扰没用,He 相对好一点,He+ED 背景 (BEC)可以降到<50~100ppb,或许 Xe 的效果会好一些,没试过.

用 Cool plasma,测 PO47 可以试,Ti47 再 Cool plasma 下不会电离,所以不会干扰. BEC<1ppb, DL<1ppb

7. 的检测做过,选用 31 或 47 都有文献报道。如果用 O2 做碰撞气,当然测 47。如果用 He、H2 做碰撞气,可采用 31

一八四、ICP-MS 老熄火.我怀疑是那漏气但不好检查

1. 气体纯度不够也会熄火,一定要四个 9 以上
2. 我刚开始用的时候也出现过这种情况。这时候:
 - 1.1 检查气体流量和压力
 - 1.2 检查雾室内有无积水。
 - 1.3 维护状态下 15, 1, 1 升每分钟吹矩管 10 分钟,再次点火。
3. 检查湿度是否太大。湿度太大也会熄火。在热焰冷焰切换时也容易熄火
4. 原因:1、雾室与 TORCH 连接部分漏气; 2、TORCH BOX 温度过热; 3、INTERFENCE GATE 温度过高。
5. 是不是通风不好,矩管温度过高
6. 也有可能是泵后面的电气元件散热不好,造成保护中断,比如风扇坏了。

一八五、有人做过陶瓷的消解吗?请介绍一个好的方法。

1. H2SO4: HF 1: 1, 220 度
 2. 是陶瓷材料吗? 一般用酸溶和碱熔
- 酸溶: HF,HClO4,HNO3 混酸
- 碱熔: 碳酸钠, 硼砂

一八六、我们在用 ICP-MS 测茶叶中的铅时,采用不同的内标测定结果相差很大。用 In 作

内标时，测出来茶叶标准样的结果为 4.2（真值为 4.3 ± 4 ），样品结果为 2.2；用 Bi 作内标时，茶叶标准样为 4.7，样品为 2.7，标准曲线的线性都为 4 个 9，我不知道样品结果该用那个？

1. 我觉得如果样品基体中不含 Bi 的话，用 Bi 应该比 In 要好一点吧。毕竟它和铅的质量数更为接近。

用标准加入法做下结果 看更接近哪个结果。

2. 我觉得两个结果都是可以接受的。有时候质控样做的好，样品的结果不一定好的。

3. Bi 的结果可能有些问题，有些茶叶里面的 Bi 的本底也比较高，这时你用 Bi 做内标，测试的结果会偏高。

4. 用 Bi 的结果，因为 Bi 与 Pb 质量数接近。

5. 理论上结果应相同，这种现象比较常见，不知道你用的是哪种加入法，在线加入还是直接加入，你可以多进几次，观察内标的变化，选择内标前后稳定的结果作为参考。

一八七、谁能简单地跟我讲讲质谱分辨原理。一直不明白怎样才能分辨是何离子，且有多少量

1. 由于四极杆的快速扫描能力，通常使用脉冲计数离子检测，但对于平均电流检测来说在检测器之后要加入 A/D 转换器，因此，数据采集系统接受一个快速脉冲序列，这可以用正常的脉冲计数电子电路来实现，现代的数据采集系统可以在速率高达 100MHz 时没有明显地损失而很容易地实现计数，比一般使用的检测器能提供的高得多的计数。在一个质量谱上每一个质量峰的累积计数的储存和量化问题是值得考虑的，因为穿过质量数 100 或更大的范围内的每一次扫描期间，峰滞留时间仅仅为 300 s。在两个商品仪器系统中随着分析器跳过或步进穿过感兴趣的质量范围时，采用交互方式对每一个峰积分计数。为了确定每一个积分，在每一个峰处要测几个点，跳峰系统有很多优点，在质谱图的空白区不浪费时间，因此最有效地利用了给定总的积分时间和分析样品溶液。利用这种方式还可以花费较大块的分析时间在最小的峰上，以便可以改进统计计数和检出限。显示全谱的扫描肯定比正常的跳峰循环慢得多。在 VG 仪器上，遵照在 Surrey 最早发展时使用的方法，离子检测的输出最开始是储存在一个使用 MCS 方式的多道分析器里，有高达 4096 个通道可以使用，通道地址与扫描质量分析器的连续扫描相同步。因此每个峰在顺序扫描中占有同样多的道数，也就是在全部质量范围内正常扫描时每一个峰占 10 个通道。在 MCS 系统中通道的滞流时间可能在 10² s，通道和通道之间没有明显地信息损失，因此使用 2048 道扫描大约可在 20ms 内完成，每一个质量峰约使用 8 个通道。这个扫描速度比质量分析器扫描速度快，质量分析器的扫描速度限制大约为 100ms 每扫一次，因此在这个系统中数据采集并不限制扫描速度。一旦所选的整个积分时间到达时，储存在 MCS 内存中的数据就会转存到计算机进行处理。因为全谱扫描的速度很快，进行全谱扫描时，可以得到某种样品进样时引起的瞬时信号。这种连续扫描系统的不足之处在于谱图的空白区域浪费的时间，这就相应减少了对感兴趣元素的扫描时间。可以跳过一些区域节省时间。但可以在测量分析中看到快速全谱扫描的优点，即快速完成未知样品的半定量分析。对于复杂样品来说，记录未知元素和基体干扰的有关信息以后再进行评价是非常有价值的。另外对于扫描方式来说，这些仪器还可以提供全谱跳峰方式。
2. 在进入质谱前，样品一般都要电离，使元素成带电离子，一般都为一个正电荷；根据物理里面的一个什么公式（记得不清楚了），在一个电场的作用下，带电离子运动的轨迹与带电离子的质量和电荷量有关，也就是与质荷比有关，电荷为一个时就是只与质量有关咯，在不同的半径处接收这些带电离子，就能基本将该元素分开了。
3. 对于同一个样品其实不同源出来的谱图是不同的，即便是同一台仪器，可能前后结果也有差异。图中可能出现你的分子离子峰，碎片峰，甚至聚合离子，也可能有引进的杂质离子，

也有残留离子。至于量不能单靠峰的强度来说明，峰强，说明容易电离，离子多，并不代表此种样品多，质谱不好定量，考查纯度，建议其它方法

4. 其实该主要是物质的分子质量和主要的锻炼离子质量来断定物质的。

5. 质谱仪的工作原理

质谱仪是利用电磁学原理，使带电的样品离子按质荷比进行分离的装置。离子电离后经加速进入磁场中，其动能与加速电压及电荷 z 有关，即

$$z e U = 1/2 m v^2$$

其中 z 为电荷数， e 为元电荷 ($e=1.60\times 10^{-19}C$)， U 为加速电压， m 为离子的质量， v 为离子被加速后的运动速度。

具有速度 v 的带电粒子进入质谱分析器的电磁场中，根据所选择的分离方式，最终实现各种离子按 m/z 进行分离。

6. 作为质谱来说，就是想办法把不同质量电荷比的离子分开，就是所谓的质量分析器。一般的质量分析器有四极杆、磁场、离子阱等等。不同的离子在这些质量分析器里面被分开以后分别达到接收器被检测。

7. ICP 作为 MS 的离子源将元素有溶液中的离子状态还原成原子，拉出一个电子电离成一价离子 (绝大部分)，经过两极锥和透镜，将离子由高温常压变成常温低压高速进入四极杆质量分析器。并非经过传统的原形轨道，离子在四极杆的交变电磁场中摇摆运动，在一个较短的时间段内，只有一个确定荷质比的离子才能到达终点进入检测器。下一个时间段别的离子通过。

从这个意义上讲，ICP MS 并非严格的多元素同时分析技术。但因 ICP 为连续离子源，离子在各个时间内的组成相同，这一点又类似与全谱 ICP AES。

8. 我也刚在资料上看到

质谱仪是利用电磁学原理，使带电的样品离子按质荷比进行分离的装置。离子电离后经加速进入磁场中，其动能与加速电压及电荷 z 有关，即

$$z e U = 1/2 m n^2$$

其中 z 为电荷数， e 为元电荷 ($e=1.60\times 10^{-19}C$)， U 为加速电压， m 为离子的质量， n 为离子被加速后的运动速度。具有速度 n 的带电粒子进入质谱分析器的电磁场中，根据所选择的分离方式，最终实现各种离子按 m/z 进行分离。

一八八、进样时进过含有乙氰组分的样，对火焰的温度影响很大吗？最高乙氰可以进多大浓度啊？

有机溶剂会导致锥口结碳，如果加氧气（雾化气中），就没什么大问题，如果没有氧气，乙腈别超过 5%

一八九、最近做了几个 HPLC-ICP-MS 连用的实验，发现调节好 ICP 的参数，得到一个满意的空白值后，一连上液相，空白值就会出现增高的现象，而且增高的计数差不多有三倍关系，求高手指点！是不是因为流速不匹配的问题啊？

1. 应该是进了空气
2. 流速的可能性比较大

一九零、1.样品空白要比样品值低多少的情况下才能减样品空白。（我所说的样品空白是指做样品时带的那个空白，那里面除了不加样品外其余的都和样品处理过程和加的试剂都是一样的）

2.加标回收实验要怎么做，所加标准的量怎么来定。

样品空白比样品低多少是很难控制的,尽量控制低就可以了,如果空白较高,但是很稳定(重现性,平行性好),也是可以的。

如果考验处理方法,加标可以在样品处理前进行,如果考验仪器稳定性,处理后加

一九一、ICP-MS 测量镍时非常不稳,从 0 能跳到 1.9 在 10 分钟以内,而其他元素都非常稳定

1. 估计你的 Ni 锥的原因,测 Ni 最好用非 Ni 锥,如 Pt 锥。
2. 镍锥的问题.当用 4%HAC 做标准系列都难成线性,应用铂锥测镍!
3. Ni 锥的原因,Co 也有同样的情况。不过看你测什么样品。土壤样品,时间长了就稳定了,稳定性还是可以接受的。还有看你用的仪器, Thermo 新仪器加了负压,可以解决这个问题
4. 应该换锥

一九二、我在用 ICP-MS 测茶叶中 45 号 Sc 元素的时,有两个问题: 1 信号很高,测空白水时,信号高达 20000。2 做标准曲线不太好。两次重复测定稳定性很差。可能是 44Ca1H 或 31P14N 等造成的干扰。请大家帮我进一步分析一下原因。

我也遇到过,不过我的感觉不是干扰的原因,可能是锥的问题,需要有个平衡过程,用的时间稍微久一点锥平衡了,曲线会好一些。

一九三、使用 ICP-MS 测试后,大家用什么纯度的酸清洗或者浸泡盛装溶液的器皿啊?

1. 严格的应该先是用有机试剂清洗,然后用硝酸泡,只有用水清洗,并装满水存放
2. 我们一般很少用酸泡的.直接用水洗;自来水、去离子水、高纯水
3. 泡瓶子的酸不用每天都换的.我们是先用酸泡 24 小时,再用自来水洗,再用蒸馏水洗,最后用超纯水.很麻烦的.
4. 做普通的样品,用分析纯的酸 配就可以了,可以用两三个月不成问题,甚至半年。当然如果您要做半导体行业样品分析,要另当别论
5. 我们也是这样处理的,大概 10%的硝酸浸泡 24 小时,然后自来水洗,去离子水洗,超纯水洗
6. ICP MS 样品的处理过程决定样品容器的清晰过程。

如果用之来溶解样品,中间有加热过程,用完后将样品溶液倒在适当的废液瓶内,用自来水冲洗干净,用一般化学纯/分析纯的 1: 1 硝酸浸泡过夜后,(浸泡液体可用 1 月)用自来水洗涤,去离子水洗涤,超纯水洗涤,不要烘干!

一般如果环境不污染所测溶液的元素含量时候,可以放宽很多,和 ICP AES 一样洗涤器皿就可以了,当然,无论选择那种方式,必须将洗过的容器做方法空白,不得高于检出限!

7. 用 10%的分析纯硝酸浸泡 24h,再用超纯水多洗几遍。一般酸用一个月左右。
8. 浸泡瓶子的酸要用 1: 1 硝酸,可长年使用,泡 24 小时后,先用自来水洗,再用超纯水洗。

一九四、我们的 ICP-MS 突然检测不到任何信号,不知道是否有人遇到过这样的问题

1. 很可能是仪器漂移,做过质量刻度了吗
2. 可能保险丝断了!或线路板有问题
3. 我们曾经遇到过这种情况,通过检查后发现是电路问题,但也有可能是检测器的问题或其它问题

一九五、用 Agilent 7500a 测全血中铅、锰、铜等几种元素,已经用了两年了,一直以来我们都找不到一个合适的指标来监控仪器的漂移情况,质控品也不是特别稳定。考虑了一

下,应该选用内标为监控对象最合适吧。我分别在检测前、检测中和检测后看内标的 count 值,但发现漂的挺厉害,最少的都有 15%左右,这样怎么能行?大家都选用什么方法来观察仪器的漂移情况呢?

分析基体复杂的样品,内标法肯定是必须的,质控样品也是少不了的,建议参考 EPA 的分析方法,选择其中的一些质量控制程序。

一九六、我用的是液氩,压力的大小是否得很准确?比如说 6.0, 6.2, 6.5, 7.0 等等。还是只要在 6~7 之间就可以了?

是个范围,只要不超过仪器的压力限制,也不能低于点火的最低压力就可以

一九七、从事痕量分析,在使用 ICP-MS 时,我发现有时信号值调不上去,比如 7 89 205 最多只能调到原来的一半,请问有谁知道是何种原因?

1. 可能质量数偏离了!建议做一下质量校正
2. 一是质量偏移了,二是进样系统出问题了,三是检测器老化了

一九八、1 氩气纯度低于多少时才有可能使 ICP-MS 点不着火(我们的是 PQ ExCell),想借此估算所用氩气纯度有多差。

2 液氩的纯度会很差么?比如低于 99.99%,有这种可能么?

3 液氩有可能损坏 ICP-MS 仪器么?是否会出现因液氩质量问题而导致 ICP-MS 仪器损坏的情况?这种可能性有多大?

4 液氩的安全性如何?使用液氩,会不会出现杜瓦瓶爆炸的情况?

1. 液氩的纯度应该比瓶的好。

很多地方都使用液氩,效果非常好,使用的时间很长。损坏?任何不认真的操作都会损坏仪器。

液氩的安全性也没有任何问题。

推荐在使用 ICP-MS 的时候,如果经常使用,并且经费没有问题,采用一个液氩罐或者两个会非常方便。

2. 1.没有确切的数据表明低于多少会点不着火,就是纯度很高的氩气,也可能出现点火不好的问题;

2.2 氩气在传输过程中可能会混入空气,尤其炬管处是开口敞开体系的,真正点火的时候的纯度应该是小于 99.99%的;

2.3 液氩不会对仪器造成损坏,事实上瓶氩也是液氩转化而来的,一般纯度会比氩气高;

2.4 液氩的安全性在于罐子,氩气是惰性气体,不会发生爆炸;

3. 如果样品多,每天都有样品作,建议使用液氩,如果样品少,不经常开机,建议使用瓶氩。因为液氩为了安全保护会自己放气,一瓶气即使不用 1-2 个月也会自己漏光。

4. 实际上液氩罐就是一个真空保温瓶,与以前的热水瓶的原理是一样的,当然加了一些控制气体压力的装置,也可以用来装其它的一些液态气体。由于罐体不能做到绝对保温,所以里面的液态氩还是会汽化,导致罐体内气体的压力升高。当压力升高到一定程度时(我们的是 230PSI),保险阀就会自动放气,否则就会有危险。

5. 氩气的纯度对仪器的点火影响不大,但影响测试数据。

一九九、ICP-MS 用罐装氩气还是用液氩好?

1. 推荐后者
2. 当然是液氩,视租金、运输、用量等情况决定买一个还是两个。160 升的即可

3. 当然是用液氩的好，成本低，而且一瓶能用很久，很少会出现测试过程过气体用完而熄火的现象

二零零、汞的记忆效应很强,怎么才能消除它的影响呢?我试过换锥,换进样管效果都不好,另外如果空白值高的话对检测结果会有什么样的影响?

1. 汞标液浓度配低一点，每测完一个样品用金溶液洗，酸洗，水洗。能好一些。
2. 进高酸度溶液清洗效果明显(>30%逆王水)
3. 在测 Hg 过程中要注意两点，1.标准和样品的浓度不要太高，否则清洗起来困难.2.在定容、标准配置和测量过程中使用含清洗剂溶液。清洗剂可以用 Au 或者一些弱的金属络和剂。
4. 用巯基乙醇或半胱氨酸络合 Hg
5. 最近我也试过用巯基乙醇,效果真的不错,只用万分之一配溶液即可,大家可以试试!

二零一、最近我想用液氩替代气体钢瓶，现在是冬天，液氩使用应该没问题。但是到夏天的时候，因为我没经验，不知道在夏天时候，液氩使用起来如何？会不会浪费很多？安全性如何？

1. 液氩在什么时候用都没啥影响，关键在于输出压力是由自己调节的保持稳定就可以了。
2. 夏天注意温度不要过高,不要直接暴晒在阳光下,最好有超压泄气装置.液氩一次性投资大,但长远来说,液氩便宜.

二零二、测 Cd 时大家选 111Cd 还是 114Cd 呢？哪个效果好一点？ 最后样品中 Cd 的含量，是不是两者之和呢?同时说说测 Cd 时候遇到的问题？

1. 114 更好一些，因为 Cd 含量较低，主要问题是如何降低背景。
2. 面临含 Mo 样品需要采用公式校正
3. 测 Cd 时大家选 111Cd 还是 114Cd,至于哪个效果好一点？完全取决与样品的基体,干扰元素的量以及所测元素的浓度,111 的干扰主要是 Zr ,114 的干扰是 Sn.最后样品中 Cd 的含量，不是两者之和,理论上不论是选择 111 还是 114 ,结果应一样.
4. 2005 版药典中规定是选 114 的。
5. Cd(110)与 Cd(114)在不存在基体干扰的情况下,二者测得的结果是一致的

二零三、详细的介绍一下 agilent 7500 ce 各个透镜分别起的作用？

1. 提取透镜使离子通过样品锥进入真空系统;Omega 离子透镜可对离子进行聚焦和偏转，使之与光子、中性粒子分离，达到最高的离子通过效率。
2. 在截取锥后面的高真空区有一组离子透镜：这四个透镜在离子传输过程中起到不同的作用。

Extraction 透镜：提取透镜紧跟在截取锥之后，直接位于截取锥基座上，这两片提取透镜的作用是提取通过截取锥的离子并使它们加速进入 Einzel 透镜。因为被测离子带有单个正电荷，所以在提取透镜上施加负压，可以在加速正离子的同时排斥电子，使得电子碰撞到截取锥或真空室壁上，而中性粒子和光子不受提取透镜的影响会继续进入 Einzel 透镜中。

Einzel 透镜：有三片透镜组成，其作用是使离子束聚焦。第一片和第三片透镜的电压（约 -100V），中间一片透镜的电压可以改变，用于调节离子束的聚焦点。

Omega 透镜：其作用是使得离子束发生弯曲，以去除中性粒子和光子。

QP Focus 透镜：四极杆聚焦透镜是离子进入四极杆之前的最终聚焦透镜。QP Focus 透镜之后还有 Plate bias 透镜，作用是降低离子进入四极杆的速度。

二零四、用 7500a icp-ms 测定海水重金属时，样品怎么处理

1. 因海水中盐度高,不要直接上 MS,可用铁共沉淀富集重金属,分离掉钠氯
2. 应视重金属在海水中的浓度而定,若重金属的浓度接近 ICP-MS 的检出限则应采用分离富集技术,如 FI 与 ICP-MS 的联用 FI-ICP-MS,若重金属浓度较高,则采用稀释即可,稀释至盐效应较小,不堵塞锥孔.
3. 稀释 10 倍就可以了。基本上所有厂家给出的文献都是这样做的。对于干扰元素需要碰撞反应池

二零五、关于 ICP-MS 空白 Cr,Ni,Co 空白很高的问题，Cr 计数 11w, Ni,Co 约 1w。测水也是如此（二次水），更换了铂锥仍然如此

1. 主要是气体不纯！换其它同位数试一下！
2. 可能是多原子干扰，可以使用碰撞/反应池试一试
3. 估计是你水的原因吧,你空测一下看什么情况,如果是 Cr 的话低含量用反应池效果会非常好,Ni 建议用 60 这个同位素
4. 若 5 与 220 处的计数很高的话,那很有可能是样品被污染了.
5. 可以适当降低 MS 的功率试一下。
6. 是不是有记忆效应，用硝酸洗好了再测也许会好些。如果是基体原因的话，看看反应气模式也许会好些。

二零六、矩管如何清洗？

1. 用热的浓硝酸洗，超声几次，应该差不多了。
2. 可以用王水洗，很快的
3. 你那是石英矩管吗，那用 2%的硝酸，HF 混酸泡一晚就可以了，再用高纯水洗净。
4. 石英矩管是不可以 HF 的。用硝酸就可以了
5. 有的东西硝酸是洗不掉的。不要把 HF 想得很可怕，<10%的 HF 对石英的作用是很慢的，用浓硝酸稀释，HF 的作用就更慢了，但是清洗效果很好。
6. 加酸,用超声波洗,省事
7. 用大约 2%的稀硝酸后稀王水清洗,如果洗不下来可以稍微加热浸泡一下或超声 5 分钟左右,再用高纯水冲洗后自然凉干或吹风机风干
8. 若矩管是可拆卸的,可将内管取下用热王水浸泡或煮沸,最后用去离子水充分清洗,矩管洗净可自然放干或用吹风机吹干后使用.清洗时间可根据洁净程度而定.,

二零七、200.8 方法做的空白加标 TI 为什么回收率只有 25%？而同样的样品在 ICP 上做回收率却有 90%。难道 MS 上有什么负干扰吗？还是有其它原因？空白及样品后加标也做了，回收正常。

还有一个问题,还是 ti 的问题.我同一个样品走第一次的时候 40ppb 的读出来只有 25ppb 左右,紧接着再做一次就能在 35ppb 左右了,这又是怎么回事呢?求助工程师,建议增加积分时间,但是增加之后依然如故.这又是怎么回事呢?

1. ICP-MS 中有负干扰,主要是由于空间电荷效应引起的,你还需考察基体的干扰
2. 空间电荷效应是指离子在引出 ICP 离子源后,在加速,聚焦飞行至检测器的过程中,由于离子间存在库仑作用,导致离子束发散,质量较大的离子惯性大,沿着轴向,而质量较轻的离子则较易偏离轴向,故对原子量较小的元素信号产生抑制作用
3. 同一样品多测几次,再观察一下看看
4. 也有可能刚开始仪器不稳定,所以所测得的数据精密度不好

5. 调整下进样时间,第1次测量的可能是清洗的硝酸没有完全排出而样品被稀释了就进行样品分析了,而第2次分析是因为已经完全进样所以没有问题,建议提升进样时间.
6. 需要确定是否四级杆有些小的问题。TI 正常进标准溶液的时候, 应该非常快速在仪器上达到稳定的

二零八、测定高纯 Te 中的金属杂质时, 稀释 1000 倍, 测量结束往往 220 会有升高, 在计数的过程中发现 220 会升到 300-400。是否检测器中毒了, 如果是中毒, 如何避免。

1. 电子倍增器用的时间长了,灵敏度会下降
2. 尽量避免接收强的离子信号

二零九、请教 X SERIES2 和 ELEMENT 2 的区别 (用于分析硅中各杂质含量)

1. 完全取决于您所测定的样品中的杂质量级, Element 2 应该比常规的四级杆质谱仪检出限低 2 个量级, 对于易干扰元素要低的更多
2. Element2 这样的磁质谱要用分辨来减小干扰的影响, X II 就只能靠四极杆或者动态反应池来减小。最后的检测限未必能够差很多。
3. 主要看分析样品类型,举个例子,高纯稀土或复杂的合金样品,再没有标样的情况下,高分辨基本上可以得到正确的结果,但是四极杆能力就差很多.无法解决多种氧化物,氢氧化物的干扰.

二二零、请教 PQICP-MS 的校准曲线点浓度输入错了, 怎么修改

1. 输入正确的浓度, 然后重新计算数据就可以了。现在的仪器软件都有这功能 (00 年以后的都有), 不会操作就问问仪器工程师。
2. 在 X Series 的软件上, 直接修改即可
3. 自己把数据导出,手动做校准曲线,用 EXCELL 做就可以了.现在软件都有数据导出系统

二一一、1、从去年 10 月份起, 点火后 fore vacuum 就一直居高不下, 一般都在 $10e-3$, 很难达到 $10e-4$, 而在以前很轻松达到 $6*10e-4$ 。检查不是锥的安装问题, 因为不可能这半年每次都安装不稳。

2、灵敏度问题, 大概是去年 11 月份后, 灵敏度突然下降了一半, 换新锥情况依旧。

- 1.您需要更换 Skimmer valve 的垫圈,以解决 fore vacuum 的问题,不过 Fore vacuum 好于 $4*10^{-3}$ Mbar 是真常的.
- 2.灵敏度大副下降,一般是因为 sample inlet system 的问题,包括锥,炬管等;另外也有可能是 Tune file 有问题,建议将软件更新为 3.0.6.

二一二、ICP-MS 仪器中的光子挡板是做什么用的。ICP 起到的作用是不是使样品离子化呀?

1. 光子挡板的作用就是去除光子和中性粒子, 但也会挡住部分正离子。ICP 就是离子源的作用。
2. 因为检测器会对中性粒子和光子也有反应, 所以需要消除。消除方法就是通过光子挡板等实现。
3. 光子挡板的作用就是去除光子和中性粒子,因为这些也会在检测器上产生相应信号。
4. 是加了一个电场, 中性的方向不变, 一直往前走, 碰在板上。所以被挡住了, 而正电荷的 在电场作用上, 有个向下方向的运动轨迹, 基本就是这样, 从而就把不带电的粒子挡住了
5. ICP-电感耦合等离子体

电感耦合等离子体装置由等离子体炬管和高频发生器组成。从结构上看等离子体炬管放在连接于高频发生器的线圈里，当引入氩气时，如用一高压火花使管内气体电离，产生少量电子和离子，则电子和离子因受管内轴向磁场的作用，在管内空间闭合回路中高速运动，碰撞中性原子和分子，使更多的气体电离，瞬间形成等离子体。

光子挡板

为了离子的有效传输，当离子、光子和中性粒子全部通过接口进入质谱系统，需要离子透镜系统将他们分开。离子是带电粒子，可以利用电场使其发生偏转；光子以直线传播，如离子以立轴方式偏转，或采用光子挡板，就可以将离子和不带电的（光子和中性粒子）分离。光子挡板就是拦截光子和中性粒子进入质谱部位，也有少量离子也被拦截，但通过调谐理论上可以解决。

二一三、我们的 ICP—MS 在将取样锥和截取锥拆下清洗后安装上去后发现仪器的灵敏度下降了。前几次我们看到调协液时，其中铀的计数由拆之前的 80w 降为 50w，但在测过几批样品后，计数又回到 80w。而这一次同样清洗后，发现计数由 80w 降为 8w 左右，并且一连几天都没有上升的迹象。经过检查雾化器也是正常的，其他仪器条件也没有改变过。

1. 看看锥是不是上好了？ 换套备用锥试试 看结果怎么样。如果依然这种情况，说明不是锥的问题。再找其他地方
2. 要保证两个锥口在同一水平线上。不然会对灵敏度影响很大， 如果锥孔没有明显的损伤或堵塞，应该不是锥的问题。 调下 EM 试试
3. 你的这种情况我们遇到过，关键是重新安装采样锥的时候其位置要与清洗前一致，采样锥上有一个缺口，每次都让它指向一个固定位置。出现这种情况，我们怀疑长时间使用后采样锥的圆形可能不规则了。现在你需要较大幅度调节炬箱的水平、垂直位置，只要调节到位灵敏度一定上去。可能目视感觉炬箱位置过于偏离，但灵敏度却很高。
4. 调一下参数,可能是矩箱水平,垂直位置变了.清洗锥不会那么大的影响的.
5. 最大的可能是水平和垂直发生了问题,应在质量校准后对其进行认真调节,也不排除由于清洗造成截取锥口损坏而致.
6. 透镜该洗了
7. 看看载气管线安装好了没有
8. 若别的参数都没发生变化,问题很有可能出现在采样锥与分离锥上,可以重新仔细安装一次试试...若水平炬管与两锥不在同一水平上,信号也有可能大幅度的下降
9. 重新优化仪器工作参数,按顺序和要求进行,不可缺一,会有改善的,我也遇过同样的问题.
10. 若已确定水平炬管与两锥都在同一水平线上,信号强度还是太低的话,那么就应调节仪器参数,提高灵敏度..

二一四、由于我不小心拔了电脑机箱后面连接机器的线，当时真空泄了 但电源没关，导致机器无法操作，电脑和机器都重启了还是不行，我该怎么办呢？

1. 1,重接电脑与仪器间的通讯电缆;2,检查 GPIB 通讯是否正常
2. 看看 GPIB 插好了么,给重新插一下就没有什么问题了,数据通讯的问题了.
3. 首先检查管线电连接好,先开电脑,把 IP 地址确认一下,再开仪器,试一下.

二一五、如果 ICP—MS 中进入检测器的分析元素或内标浓度很高，比如强度达到几百万乃至上千万的 cps 会对检测器造成怎样的影响？

检测器会自动切换到模拟模式，长期采集高强度的信号，检测器灵敏度逐渐下降，减少使用寿命

二一六、关于内标的问题,请问诸位高手,测定 **Cr,Cu,Zn,Mn,As,As,Se** 等某个元素,是用 **45,72,89** 内标哪个好,依据是...我总觉得内标不同,所得数据也不同,与浓度大小还有关系,不信,你可以拿标准系列整一下,究竟选哪个数呢?

1. 我觉的选用 89 较好, 因为 89 丰度 100%, 且干扰较少, 不相 45 依形成各种干扰
2. 关于内标的加入, 通常可以考虑以下几点:
 - 1, 样品中不得含有或含量极微;
 - 2, 驻留效应小, 很容易洗干净;
 - 3, 质量相近;
 - 4, 电离能相近;
 - 5, 同位素无叠加影响, 不产生多原子干扰等。

但实际选择的时候很难评价效果, 特别是多元素同时测量的时候

3. 还有一点 就是内标物的计数率的大小和做的元素计数率相差不要太大, 否则也可能不准!
 4. 不同的元素可用不同的内标.没有规定只能用一种内标.选与待测元素化学性质接近, 及质量相近,电离能相近,样品中又不存在的元素就可.因为内标的主要作用是校正不同基体(标样与样品)和仪器漂移带来的测定误差.
 5. 内标元素和内标线的选择原则:
 - 1.内标元素与分析元素应有相近的熔点和沸点, 以补偿蒸发过程的影响;
 - 2.内标元素与分析元素应有相近的分子量, 以补偿扩散过程的影响;
 - 3.内标元素与分析元素应有相近的电离能, 以补偿电离过程的影响;
 - 4.内标元素与分析元素应有相近的化学性质, 以补偿原子化过程的影响;
 - 5.内标线与分析线应有相近的激发能, 以补偿激发过程的影响;
 - 6.内标元素在样品中的含量应该已知固定或准确加入。
- 所以对不同的样品和不同的元素应视具体情况来选择内标元素和内标线。
6. 最重要的一点是首先样品中不应含有内标元素. R h 或 R e 对很多样品较适合, 因为样品中通常没有.
 7. 1.被测元素与内标元素化学物理性质相似,这样二者才能在离子源中向同一个方向变化,这样才能减小信号的飘移.
 - 2.内标元素不应受同质异位素及多原子离子的干扰.
 - 3.内标元素应有较好的灵敏度.
 - 4.若选择样品中固有元素为内标的话,则浓度应合适.

二一七、电子倍增器的重要性不言而喻,为了延长电子倍增器的寿命,大家都是如何维护它?

1. 首先在测量过程中应尽量避免接收强的离子流信号,其次应避免有机物沾污而劣化...在低真空高电压下,会缩短其使用寿命
2. 保持真空稳定, 仪器设计中一般在不检测时, 四级杆会跳转到一个无强度的位置来保护检测器

二一八、在 **ICP-OES** 中称之为光源,在 **ICP-MS** 中称之为离子源,但在硬件设计方面都有哪些不同?

1. **ICP-OES** 有分光系统,现在一般是中阶梯光栅,测的是离子发出的特定光子;**MS** 测的是带电的粒子,检测的原理不同.

2. ICP-OES 的分光系统对应于 ICP-MS 四极杆或磁分析器,二者细想一下很相似
3. ICP-MS 的 RF 似乎用 27.12 的比 ICP-OES 的多..
- ICP-MS 炬管是水平的,而通常 ICP-OES 则是垂直的..
- ICP-OES 无须考虑二次放电效应,但在 ICP-MS 中必须考虑如何抑制二次放电..
4. 为了减小二次放电效应,线圈采用中心抽头接地的方式,还有采用屏蔽炬的..而 ICP-OES 则不存在这方面的问题
5. ICP-OES 可以双向观测,即双向采样,而 ICP-MS 只能轴向采样
6. ICPMS 与 ICPOES 相比,采样区域的选择比光谱中复杂的多,因为还要配合后续的接口和透镜系统设计,另外,质谱对进样系统的要求去除溶剂更好些,否则氧化物干扰较强

二一九、我测一种中药中元素分析,发现其中 K、Ca、Zn 的元素回收率总是不好?是不是这几种元素不太好测,还是有什么干扰?

1. 是不太好做,一个是 K,Ca 容易产生沾污,其次更为重要的是产生多原子分子的干扰.沾污可通过细心操作来减小,多原子分子干扰,可考虑碰撞/反应池来减小.
 2. 用冷焰试试,样品浓度不会很低,应该不是很困难
 3. 对易电离的元素,应采用冷等子体模式
 4. 首先保证样品溶解效率
- 测定上, K Ca 含量很高,即使采用正常模式也可很好解决
由于含量高,可能需要模拟模式下测定,确定 Cross 校正良好
5. 可能与你的消解方式有关吧,是否全部溶解了

二二零、如何维护保养涡轮分子泵?

1. 涡轮分子泵很贵的,现在仪器是利用磁悬浮原理工作的,工作时高速旋转,在使用过程中不能停电,突然停电可能造成损害.在卸掉真空时,气一定要开着.
 2. 分子泵都应有保护电路,当发生意外时,会自动切断电源的吧..
- 分子泵应保持洁净,不要在空气中暴露的时间太长了,减小微小颗粒进入泵体的机率

二二一、如何设置积分时间?

1. 积分时间长,精密度有所提高,检出限有所下降.和元素的含量有关,低含量,积分时间适当增加.但积分时间太长,测定时间增加.
 2. 灵敏度与积分时间成正比
- 空白的标准偏差随积分时间的平方根而变化
故检出限理论上与积分时间的平方根成反比
3. 对不同的仪器,不同含量的元素测定,积分时间都是有个最优化的设置的,积分时间太短,显然稳定性不足,积分时间太长,又需要考虑仪器长期稳定性的影响,因此有一个折中的情况。

二二二、ICP-MS 都是用什么器件测量真空?

真空的测量

1、 Pirani Gauges 热偶规

通过监测热丝温度的变化间接测定真空压力。

适用于 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^3$ pa 的中等真空范围。在 7500 中用于 IF/BK 的真空测定。

2、 Penning Gauges 冷阴极规

由圆筒形不锈钢阴极及位于圆筒轴心的环状或针状阳极构成。

利用低压气体分子的电离电流与压力有关的特性，通过检测放电电流大小来测定真空压力。多用于 10^{-8} ~ 10^{-2} Pa 的高真空测定。在 7500 中用于 Analyzer 的真空压力测定。

二二三、ICP-MS 中干扰大致可以分为两类,质谱干扰与非质谱干扰...大家都是如何对这二者进行校正?

1. 第一种应是采用共沉淀过滤分离基体,色谱自动分离富集等,不过最大的缺点是容易带来试剂空白及污染
2. 第二种是采用数学校正,其校正的依据是根据同位素丰度比,选则没有被干扰的核素,通过间接计算,扣除干扰..数学校正又可分为同质异位素的干扰及多原子离子干扰
3. 数学校正在分析样品种类较为单一或者干扰较少时,还是非常有效地。目前地质样品分析和金属样品分析上应用很多

二二四、如何清洗采样锥与分离锥?

1. 定时用超声波清洗.
2. 对于铜制的锥,先用很细的砂纸,在流水中对锥表面均匀地进行擦洗,至恢复铜的亮色,然后放入 0.2% 的稀硝酸中,再在超声波下清洗 40min,最后用超纯水洗净,烘干.
3. 镍锥可以先用稀酸清洗,产后超声,最后冲洗。如果过度沾污或者氧化,可以使用铝粉打磨
4. 镍锥的清洗忌用超声波, 2% 硝酸浸泡 5 分钟,用滤纸沾水擦拭,再用水、去离子水冲净,吹干
5. 现在 Ni 锥用的较多,其中一种清洗方法是:
采用超声波在大约 5% 的洗涤液中清洗 15min,然后再用去离子水超声清洗 15min.
6. 氧化铝粉清洗还是适用于极端沾污的情况,确实损伤锥口
7. 清洗方法二:
用专用的金属抛光粉和成泥状,用一块软布由内到外轻轻擦拭锥体内表面与外表面。用水冲洗锥,然后再放到 1%-5% 的硝酸中超声清洗 2min (清洗锥时,将锥浸泡在 5% 的稀硝酸中不要超过 10min!) 用去离子水充分洗净,最后用丙酮或空气使其干燥。如有必要,还可以使用水磨砂纸(仅可用 1200#)砂纸对锥进行打磨,以去除锥上的顽固污渍,随后再用大量去离子水冲净,如果锥明显损坏,则必须换锥。

二二五、在高纯硅中 P 和 B 的前处理方法,由于各种原因 P 和 B 都无法测到很好,请教 P 和 B 的前处理方法

1. P 还好说,HF 除硅后,硝酸浸取.B 难处理,我们一般用发射光谱直接测定,可测 Xmg/kg.
2. 高纯硅中 P 和 B 的检测方法最好的还是用 GD-MS 进行分析,结果要比 ICP-MS 可信度高..
3. 低温消解,硅粉硝酸溶液,加一点氢氟酸
4. 硅表面杂质分析一般是用稀混酸低温长时间溶解

二二六、ICP-MS 测定土壤中金属的前处理方法

1. 加压密闭溶样
2. 高压消解可以!但是时间长
3. 0.02500g, 1+1 硝酸氟酸 2ml,高压密封罐溶 190 摄氏度 12 小时以上, 1+1 硝酸 2ml 赶两次氟酸, 1+1 硝酸 130 度复溶 3 小时。

二二七、加标回收率是衡量分析方法的哪个方面?

1. 验证仪器的测量准确性。然后可以验证样品前处理的效率和重现性
2. 我个人的理解是:加标回收率只是准确性的一个必要条件,但不是充分条件,即加标回收率好并不能保证分析结果的可靠性,它反映的是整个分析过程中样品的损失情况,若加标回收率好,则说明此方法在分析整个过程中,损失的少,反之,则亦反,若回收率太低,则说明此方法不可靠
3. 所以首先需要验证仪器的状态,首先需要保证仪器能侧准,然后才是处理方法的问题
4. 我个人认为:
 - A.验证方法的准确性,回收率高即此样品的前处理方法是可行的,反之不可行.
 - B.若样品不需要前处理,直接进行测量,就是验证仪器的准确性。

二二八、最近作药材的消解,用硝酸和高氯酸作消解液湿法消解,浸泡一晚后在电热板上加热,先是大量棕色的烟,冒完后,升温至 180,有大量白烟冒出,溶液颜色变浅,澄清透明,近干放冷后,有白色残渣,本来要用 2%的硝酸溶解定容的,但现在它溶不了了,直接用硝酸加热也溶不了,这是为什么阿?

看了一下有的说可能是硅(土样),如果我不测硅的话是不是可以过滤再定容啊,这对结果又影响吧?是不是应该在溶液没干的,还是澄清状态时加 2%硝酸,让它慢慢把酸挥了呢?还有就是我消解完后是送样出去测的,那放置时间是不是也会影响测定的结果呢。谢谢各位前辈的指点。用 ICP 测元素含量 是不是我还要同时做空白样啊?

1. 如果有硅的话,一定要用 HF 溶解,溶解后再赶硅才可以。
2. 没有溶解的白色固体应该是含硅的物质,在进行检测时不用处理,只是让其沉淀在器皿底部,测定时不要吸进去堵塞管路就可以了,作元素分析,过程越简单越好,不然极易污染!
3. 必须带不少于两个空白。

二二九、我在做水样、悬浮样与底泥样中重金属含量的测定,方法如下:水样直接过 0.45 的滤膜,后加 2%硝酸定容,上 ICM-AES 测定;底泥样先风干后过 100 目,称取 0.200g,加混酸 10ml(盐酸:硝酸 7/3)在电热板上加热至干,再加硝酸 5ml 低温至微量后加去离子水定容,消解后水样清彻;悬浮物样由于量少(过了 10 升水,从太湖取的,太远了,又重),没法从滤膜上分下来,只有连同滤膜一起消解,净含量在 0.1g 左右,消解方法与底泥样相同,但消解完后的水样为淡绿色或棕色,这是什么原因?这样能上机吗?

1. 消解液中含有难分解的有机物质,不能直接上机,应该继续消解。
2. 有微波装置吗?用硝酸+过氧化氢在微波下消解最好。

二三零、ICP-MS 可以不可以磷酸介质进样,磷酸浓度低于 30%可以直接进吗?

1. 没听说用磷酸做进样介质的,一般都是用硝酸。
2. 磷酸粘性很大,30%浓度太高了,可以的话多稀释一些
3. 浓磷酸至少要稀释 100 倍才能进 ICPMS。

二三一、我开始用 ICP-MS 测定 REE(稀土)各项元素时发现高含量的 ^{140}Ce 对 ^{157}Gd 的质量干扰不怎么严重,在一般的误差范围内。后来由于仪器条件的不断改变,现在 ^{140}Ce 对 ^{157}Gd 的干扰很严重。请问各位同仁,仪器的哪些参数会产生这种情况,哪些参数朝哪个方向调会导致双原子或多原子离子的数量增加?? 怎样才能减少这种干扰?? 在没有单标的情况下怎么校正这种干扰?? 各位做的一些校正系数能否贴出来大家借鉴一下,希望能贴出干扰的校正方程。eg: $^{157}\text{Gd} = M^{157} - \text{系数} * ^{140}\text{Ce}$

双原子在你的这个例子中是没有影响的。157 和 140 应该是+O 了。。
你看看氧化物的指标是不是比较高，雾化气流速提高，会导致氧化物上升

二三二、用 ICP-MS 测岩石样品中 Zr、Sn，使用碱融法：过氧化钠+样品放在刚玉坩锅内，加盖。坩锅放在铁盘内，送到已经升温到 700 摄氏度的马弗炉。几分钟后，几个坩锅发生炸裂，实验失败。而之前做少量样品的方法验证实验，一切都很顺利。请教前辈帮忙指点下。

1. 我觉的是不是温差太大、受热不均匀的原因，是不是应该先把坩埚放进去后，再升至你想要的温度。
2. 你的坩埚在室温下，一下就进到 700 度的马弗炉。温度相差太大，肯定会裂的。先放进去，等加热到了 700 度再记时即可。
3. 应该是物理原因造成的炸裂，温差太大了，先把坩锅放进马弗炉内，再梯度升温至 700。
4. 应该要注意坩埚充分干燥，可先在低温停留一段时间。
5. 若含 S 和有机物高，也可产生破裂，可提前焙烧。

二三三、我们即将用 ICP-MS 测酱油中的铅，搜索了一些文献说采用内标法不用消化直接上机即可准确测定，我想知道的是采用外标法消化后测样可不可以达到同样的效果，排除基体干扰哪？

1. 酱油中的含盐量高，ICP-MS 最怕盐，这点需要想办法克服。
2. 若要减小基体干扰，我想对于 Pb 而言，最好是采用氢化物发生装置
3. 稀释样品后用标准添加法测定
4. 酱油中 Pb 国标要求小于 1.0 mg / L。NaCl 含量为 15—25%。直接稀释 25 倍或 50 倍均可。测定时候无质谱干扰，需用 Bi 为内标，由于酱油中可能含有少量的 Bi，因此内标浓度应大一些，50 ppb 比较适合。另外，为防止测定过程中的漂移，应在测定前用稀释后的酱油平衡 3-5 分钟，使 NaCl 在锥口形成一层薄膜。

二三四、为何不采用 MIP,DCP 做为 ICP-MS 的离子源？

1. 电感耦合等离子体炬（ICP）、直流等离子体喷焰（DCP）和微波感生等离子体炬（MIP）。对于 MIP 来说，虽然允许微量进样，耗气量小，功率低、易测定非金属，但对多数金属检测限差、元素间干扰严重、需要氦气，因此主要用于色谱分析的检测器。
2. 对于 DCP 而言，分析物进入光源的数量比 ICP 少，故灵敏度低，DCP 允许高盐试样的分析，而这会堵塞两锥锥孔，不能体现 DCP 的优势

二三五、在与 HPLC 仪器联用中，接口是非常关键，它极大地影响试样组分分离效果及分析的灵敏度与检出限....在 HPLC 与 ICP-MS 都有哪些常用的接口？

有：

1. 采用 ICP 常规气动雾化器
 2. 超声雾化器
 3. 氢化物发生接口
 4. 直接注射雾化器
 5. 微型同心雾化器
 6. 热喷雾雾化器。
 7. 电热蒸发接口
- 还有其它雾化器....

二三六、我想测水样中的 As, Hg, 但是含量特别低。就想用萃取预富集的方法, 但是又怕有机物进了 MS, 容易堵锥, 想请教怎么能减轻有机物进入 MS 的基体干扰现象啊?

1. 低到什么程度? ICPMS 直接测定应该没有问题的。汞浓度过高反而难以清洗。注意 As 采用校正方程或反应池

2. 水中的有机物不会太高吧, 容易堵塞矩管和锥的主要是高盐, 汞的记忆效应很强, 很难清洗, 得用金溶液, 所以水样汞含量不要太高。

3. 由于水中含量低, 所以先用有机物萃取的, 文献上一般是用醇稀释后进样, 但是我觉得还是会有 C 沉积在锥上吧。不知道改变载气可行吗, Ar 中混氧气

4. 与氢化物发生装置联用。不过 As 与 Hg 的经典分析还是用 CVAAS(冷蒸气原子吸收法)

5. 75As 丰度 100%

40Ar35Cl+, 59Co16O+,

36Ar38ArH+, 38Ar37Cl+, 36Ar39K+, 43Ca16O2+, 23Na12C40Ar+, 12C31P16O2

6. 水中的 As Hg 使用 ICPMS 直接测定没有问题的。完全不需要氢化物之类的配件

7. 水中的 As Hg 使用 ICPMS 直接测定没有问题的, 也不需要校正, 测汞需要加金溶液清洗。

8. 有些人采用 Ar 气中加入甲烷, 增加 ICP 温度, As Se 这样的元素灵敏度增加

9. 对于有机物通常情况下是混入适当浓度的氧气, 使 C 粒转化成 CO2 气体

10. 能否直接测定水样中的 As、Hg 主要是看你仪器的配置, 所以不要绝对说测定结果没有问题;

(1) 当你仪器没有配碰撞池及其类似的消除多原子离子干扰的装置时, 测定 As 时有严重的多原子离子干扰。这时直接测定 As 比较困难;

(2) Hg 测定时有严重的记忆效应, 用 Au 溶液主要为了形成汞齐以消除记忆效应, 但并不能直接改善 ICP-MS 对 Hg 测定的分析性能(灵敏度、检出限等);

因此若你的 ICP-MS 配置不足时, 用其直接测定水样中的低含量 As 和 Hg 分析结果偏差较大, 特别是 As 的结果可能为错误结果。

解决的办法:

(1) 在 ICP-MS 上联用一个氢化物发生器, 用 HG/CV-ICP-MS 测定, 可显著提高测定的灵敏度和降低基体元素的干扰;

(2) Hg 可选用硫脲树脂等螯合树脂(很多)分离富集后测定;

(3) As 可选用 La(OH)3 共沉淀富集后, ICP-MS 测定;

总之, 很多富集方法均可使用, 有大量相关的文献, 但最好不要用有机物萃取的方法, 有机物直接进样用 ICP-MS 测定不理想, 要用仪器专用附件有机包。

二三七、很多 ICP-MS 测试的内标均采用在线加入的方式, 考虑到各实验室条件不一样, 如果配制内标溶液的水或酸纯度不够高, 某些微量元素会在内标溶液形成较高背景, 这样在测试时会进入未知样品的分析结果。如果能够扣除样品空白的话, 内标的影响会被消除, 如果无法扣除样品空白, 由内标溶液引入的背景值将无法忽视, 此时的影响会达到什么程度? 如何消除这种影响? 一般水分析采取直接进样测试, 不对水样做任何处理, 因此也就不能扣空白, 而水样中许多微量元素含量都很低, 来自内标溶液的影响可能更显著。

1. 对于简单基体的水样分析, 可以尝试不用内标补偿的直接外标法测定, 此时只要仪器稳定, 测试结果应该不受影响, 对于大量样品分析, 可增加对工作曲线校准的次数, 以控制仪器的稳定性。

当需要内标时, 内标可自行制备, 以控制杂质含量。比如采用 6N 以上纯度的超高纯金属以超纯

试剂采取严格的控制程序配制内标溶液。

2. 水样我们一直在线加内标,对基体复杂的水样还是有必要的。

二三八、这几天工程师来安装调试,可是连续两天出现熄火。经常是走了半个多小时,然后没有任何提示或警告就熄火了。请教熄火,多为什么原因呢?

1. 通常的原因是气不纯或漏气造成,或这是阀们漏气
2. 后来发现是循环水的问题。压力不够导致熄火,好像循环水的阀门也有点问题。要换。
3. 熄火还有一个可能:你可能无意调过一些仪器参数的安全设置,当你调谐后的参数不满足以上设置也会熄
4. 熄火的原因有可能是氩气不纯、漏气、循环水系统的问题、某些参数的无意改变或电路问题这就得我们去一一排查
5. 温度过高我用的就是通常是抽风系统坏了

二三九、ICPMS 测 S 怎么做? 我的空白就很高?

1. 用氧做碰撞气,试试。
2. 你的测量溶液什么介质? 空白高用碱性介质(比方说稀氨水)试一下。S 具体没做过,但是做过 I,在稀氨水介质下情况很好。个人觉得两者性质类似。
3. 由于存在 O₂ 分子的干扰,用四极杆无法分离,应采用碰撞/反应池除去 O₂ 分子的干扰
4. 可以考虑 (1) 用 Xe + 动能歧视 (2) 氧气 DRC

二四零、仪器检出限,方法检出限,定量限,背景等效浓度大家都是如何做的?

1. 仪器检出限是针对纯水而言的,方法检出限是针对具体方法而言的,定量限通常定义为 10 倍检出限,背景等效浓度是与背景信号相当的浓度,在 ICP-MS 中较常用的是背景等效浓度
2. 检出限与仪器的精密度及灵敏度息息相关,精密度越好,灵敏度越高,则检出限就越低...而影响灵敏度的因素则较多,它是降低检出限的主要途径吧
3. 检出限与仪器的信噪比,稳定性相关,外加实验室条件
4. 检测器是内因,其余都应是外因...尤其是进样系统,它是降低检出限的主要途径吧..
5. 光谱仪器的(方法)检出限:是用方法空白连续测 11 次计算标准偏差 SD, 3 倍的 SD 就是检出限(3SD),定量限是 5~10 倍的检出限(5SD 或 10SD)作为定量限,背景等效浓度是方法空白溶液经过校准曲线计算出来的浓度。

关于质谱仪器有另外一种说法是:用 3 倍的信噪比来计算的,配制一定的标准溶液,在仪器能最低能检测出来的浓度的信号与噪声的比值的 3 倍 (3S/N)算出来的浓度作为检出限,定量限是 10 倍的信噪比 (10S/N)来换算的,背景等效浓度跟光谱一样。

6. 光谱与质谱有很多相似的地方,只是在 ICP-MS 更为较长用的是背景等效浓度,而在 ICP-OES 则较少用吧

7. 背景在 MS 中是个非常严重的问题,而检出限明显具有欺骗性

8. 背景等效浓度=待测元素的背景绝对数值/方法的灵敏度。

BEC 包括了方法的灵敏度因素,仪器自身的信号背景,同时也包含了空白样品溶液的污染背景,仪器记忆效应背景,多原子离子干扰等重要的因素,在超痕量分析中及应用碰撞反应池技术中,BEC 更能代表仪器的检出能力..

9. 在 ICP-MS 中空白通常都是连续测 10 次,而定量限一般取 10SD 吧

10.降低 BEC 是新的 ICPMS 设计中非常重要的倾向,因此目前的 ICPMS 灵敏度处于下降趋势,但是检出能力却不断提高

11.高纯材料的进样系统选择和透镜系统设计都可以降低 BEC,改善检出限

二四一、标准溶液的保存？

1. 母液(1000ppm)保存于冰箱里面,工作标样 2 个星期更新一次
2. 分元素, 对于工作曲线溶液. 有的元素在一定介质以及合适容器中可以保持近半年, 有的则维持不了几天
3. 对于浓度小于 1ppm 很低的溶液,使用时间最好不要超过 1-2 天.损失的程度和速度与标准溶液的浓度,贮存溶液的酸度以及容器的质料有关
4. 有些容器对某些元素有较强的吸附作用,所以浓度低的话,放置时间太长,损失也较多,如硅硼玻璃,聚乙烯,聚丙烯等容器对 Ag,Pb,Cd,Zn,Ni 有吸附作用,但若用硝酸酸化到 PH2,保存到聚乙烯容器,损失会少点
5. 作为贮备液,浓度应该配制的较大一些,这样可以减小损失
6. 看实际情况, 如 0.02mg/mL 的苯甲酸标准使用液,初次配制使用时记下液相峰面积,用后冰箱 4℃ 保存,下次再用时看看液相峰面积有多少变化,分析变化的峰面积对检测结果的影响。一般情况下可以使用 3 个月。

二四二、我的安捷伦 7500 型号, 质量轴 89 在 88 附近, 调也调不过去, 不知为何?

可能是四极杆脏了, 需要清洗。

二四三、在测样中, 仪器显示通讯连接失败, 随后分子泵自动关闭, 过了 10 秒分子泵电源自动跳闸。然后, 再给分子泵电, 过 7、8 秒后电闸又跳了。到底怎么回事?

1. 这应是分子泵自动切断了保护电路吧,以防损坏分子泵,只有当前级真空达到一定程度分子泵才能运转
2. 机械泵性能下降或者抱死
3. 还有就是哪里漏气了

二四四、在仪器的操作手册上说, 在调谐时, 如果调节了采样深度就得调节炬的水平垂直位置, 为什么? 问了工程师, 开始他说不可能有这句话, 后来看到了, 也不清楚, 说可能是调节采样深度的时候产生震动, 所以需要再调节炬的水平垂直位置再次对准锥口, 但是感觉说法不具有说服力, 请问各位有更加恰当的解释吗?

1. 我的理解是:ICP 焰在采样锥口形成一个圆锥分布,而采样锥孔不可能被严格控制在 ICP 焰中心线,因此当采样深度发生变化时,锥孔在圆锥空间的水平以及垂直方向均会发生相对于先前位置的微小位移。
2. 有时候还需要反复调节这三个参数, 才能找到最佳条件
3. 之所以重新调节我想可能是采样深度的变化使炬管的轴心及两锥的中心不在一条直线上了吧
4. 炬管未必是直对锥心, 所以调整深度的时候可能引起炬管的偏离锥心。

二四五、热电的 ICP-MS 都调节什么参数? 我一般都只是调节 TUNE 里面的炬箱的三个参数和雾化器压力。在上一次调谐的时候由于调以上的四个参数不足以达到要求的灵敏度, 我试着调节了其它参数, 发觉当我将 Pole Bias 由原来的 0 调为-1.5 时我监测元素 Sc 的空白由 4000 变为 120000, 同样的 Ba 空白也显著变大但是调谐 A 中的元素的空白值没有如此的变化而 A 调谐液的各元素的计数明显变大灵敏度增加; 接着我又将 Hexapole Bias 由原来的 1 调为-2.0 时 Sc 的空白计数降为 9000, 此时的 A 溶液中各元素的灵敏度没有什么变化。

1. 个人经验，根据仪器情况，可组合调节 extraction/focus/depth/hex bias、等参数使空白最小，调谐液强度最大。一般情况下同一个锥，一段时间内参数不用变的。
2. 动能歧视条件对灵敏度和实际测定影响较大
一般对于基体复杂的样品，采用 KED 模式，即四级杆偏压略正于六级杆偏压，这样情况下，BEC 可以降低

二四六、我最近做能力验证，但是 ICP-MS 测试塑料中的汞一直很低，作了加标回收，回收率只有 60%左右。因塑料中的汞含量很高，所以在消解后用 PET 样品瓶定重 50g 后又进行了稀释才进样，现在我不知道是什么原因引起？

汞容易挥发损失，加入一定量硫酸可以缓解。另外汞容易吸附损失，也得注意。再有，检查标准溶液是否有问题

二四七、如果用碰撞反应池技术，是不是就不用校对方程校正了？

1. 这要取决于碰撞反应池对特定的基体干扰是否有效。按照 EPA 的方法看，方程还是必要的
2. 有两种情况，如果干扰消除不彻底，可以采用在碰撞模式下自行建立的校对方程；不建议采用仪器推荐的校对方程，由于仪器推荐的校对方程所采用的校正参数均在常规模式下获得，因此在碰撞模式下不再适用。

二四八、有人测过 Cr 形态吗？我用的是 Agilent 的 Hplc 和 icpms7500a 联用。按照 Agilent 的方法，流动相 EDTA。现在出现一个问题，就是 EDTA 流动相中的 Cr 背景值较高。试了几个厂家的 EDTA，都不行，不知道能不能把这个背景值在标线的时候扣除。问了 Agilent 的工程师，他们和我用的一个厂家的试剂，他说不会影响，但是实验室的老师说背景值太高肯定不可以做。有人遇到这个问题吗？用同样方法做 As 形态或 Hg 形态的遇到过流动相背景值偏高的问题吗？不知道有什么办法？

- 1.1 如果背景比样品高,只有更换 EDTA,或提纯.
- 1.2 如果背景没样品高,控制用量一致,扣除背景.
2. 是否用的不锈钢柱？如果你换 EDTA 也用途不大，背景高可能是柱体本身造成，建议改用 PEEK 材料的柱。
3. 背景高主要有以下几种原因：
 - 1: 液相色谱不锈钢管路带进的 Cr 污染
 - 2: EDTA 中带进的 Cr 的污染。
 - 3: Cr 的干扰。EDTA 含有 C，Cr52 会受到 Ar40C12. Cr53 也会受到 Cl37O16, ArHC 的干扰。
4. 1 分析纯的 EDTA 可达 99.9%，如果流动相浓度<100mM/L 的话，即时有极痕量的 Cr，干扰也不大
- 2 采用碰撞池技术并优化好仪器条件，能很好的解决谱学的干扰问题，空白绝对可以降到 0.01ppb 左右
- 3 不锈钢色谱柱或不锈钢的色谱管路是最有可能也最难解决的干扰来源，只有一种方法，换 PEEK 管路及色谱柱！

二四九、谁有 SiCl₄ 中痕量杂质（含量在 ppt-ppb 级）钙、磷、铁、钛、铝、硼分析方法？主要是前处理方法

1. 先说一下我自己的做法：先水解后加氢氟酸除去硅。用移液管准确取样 2 毫升放入盛有

约 50 毫升水的聚四氟乙烯烧杯中水解（水解反应很剧烈啊），生成凝胶状二氧化硅，放出氯化氢气体，然后在电热板上加热除去过多的水份后，少量多次缓慢加入氢氟酸来溶解除去硅基质，溶解完全后继续蒸发氢氟酸近干，然后用塑料试管定容 25 毫升在 ICP-MS 上测定。

2.1 尽量选空白低的氢氟酸

2.2 尽量减少氢氟酸用量

2.3 加几滴高氯酸赶剩余的 F

3. Fe54 有 Cr 的干扰

如果使用了 Cr Fe 混标做线性，一般结果比 Fe57 低

如果采用 Fe 单标做线性，但样品中含有 Cr，结果比 Fe57 高

你应该采用碰撞反应池或者冷焰技术解决 Ca Fe 的分析

4. 我们先加甘露醇，然后加样，在电热板上用氮气挥发，之后再用氢氟酸熏蒸。最后硝酸定容。效果很不错

二五零、用 ICP-MS 测定钢铁中的硼，样品如何处理？

1. 用聚四氟的烧杯溶样，检测的时最好是基体匹配

2. 关键是溶解样品，B 容易跑，即使不加 HF。低温，加磷酸

二五一、最近觉得仪器灵敏度很低，就做了个质量校准，可怎么都做不过去？仪器一直提示降低分辨率，我从 1 2 5 降到 7 5 都不行，后来在工程师的建议下降到 4 0 也不行，我还试着提高一些也做不过去。调试液 In 的计数在十万左右。请大家帮忙分析一下。

1. 灵敏度低存在多方面原因，比如检测器电压，离子镜参数和提取电压，ICP 参数，进样系统以及调试溶液的实际浓度等等，综合考虑。

2. 可以调一下透镜的 XY 位置

3. 灵敏度低的确是很麻烦\经常遇到的问题,MS 的参数较多,一般来讲,可通过仪器的优化解决,即便是工程师做的也就这些.

二五二、金属硅的纯度很高,要想测其中硼的含量,样品该如何处理啊？

1. 用 HF 处理，然后加热赶出 SiF₄。

2. 我主要是做半导体硅，样品处理方法是加 1: 1 的硝酸：氢氟酸，先加硝酸，后加氢氟酸，然后放在加热板上赶 SiF₄

3. 和多晶硅相比，金属硅应该是很低的纯度才是吧？？1101 的也才接近 4N 啊。

4. 如果纯度不超过 6N，可用 ICP 测，如果超过则只能用 GDMS 测。

5. 样品处理是硝酸和氢氟酸溶解，不能用磷酸

6. 加甘露醇是比较好的方法

二五三、四极杆,六极杆,八极杆的比较？

1. 最基本的差别，四级杆的带宽控制，六级杆八级杆不具备这种性能。因此有质量歧视和动能歧视两种设计的碰撞反应池系统

2. 四极杆碰撞反应池可以配合主四极杆质量分析器进行动态扫描,可以设置带通宽度,灵活性很好.而六极杆,八极杆则主要是利用动能歧视效应减小多原子干扰..

3. 无机质谱中的碰撞和反应各有优劣

反应模式甄别性强（使用不同的气体），但是产物复杂，使用难度高

碰撞相对比较简单，但是并不一定非常有效（针对某些干扰）

因此结合使用是未来趋势

4. 反应模式对测定复杂基体元素检出限很好,如海水中的 K, CA, FE 等。碰撞模式灵敏度损失的很多

二五四、好久没开机,今天初次开机,按照操作书来进行的,但是外部的气源大概是气压表的缘故吧?压力不稳,点火不到 20 分钟就自动熄火了,重复点了三回,在点火后,气源压力表现不稳,压力总是慢慢增大。所以不到 20 分钟就又自动熄火,当时培训我也没在场,现在只是对着操作说明做,不知道还有哪里需要注意的。现在不知道怎么才能整这个压力表了。不知道这样重复折腾对仪器影响有多大?

1. 打开错误日志,看一下原因,可能跟气路有关系,多开一会气,吹扫一下气路.
2. 我想是不是气路哪地方漏啊,仪器自动熄火是为了保护仪器吧..
3. 用的是瓶还是液氩,如果压力不出现剧烈变动,一般不会熄火的
4. 在测样过程中,等离子体熄火的原因有:
试样溶剂负载超过等离子体所能提供的功率
气路有空气进入,无法维持等离子体..
5. 气路是最重要的,每个点你多检查一下,特别是漏气。
6. 还有,你是不是新换的液氩,会不会是之前管路里憋了段气,堵住了。我之前也有刚换了罐液氩,点火总是失败,提示原因是压气压力不足,后来把管路里的那段气给放了,就好了
7. 要是气压有问题就好好充充气看看,要是还不稳定就换一个新的气压阀来看看。
8. 增压阀是不是开的时间够长
- 2 更像什么地方漏气了。

解决方法

先:确认是否是气源的问题,找一瓶 Ar,放在仪器旁边,用原来的管子连好后供气,排除仪器部分的原因。

后:如果是气源,分段排查

如果是仪器,检查雾室,炬管, Connector, 所有连接处的漏气。

仪器很结实,熄火几次没问题,别把炬管或者 shield Torch 烧燎就行。希望对妳有帮助。

9. 我想气路的因素可能性大一点,可以仔细查一下气路吧,先排除是不是气路的原因..
- 10.今天终于知道为啥点火二十分钟后自动熄灭了。因为排风扇在外面跳闸不工作了。仪器因为这个自动熄火的。

二五五、ICP-MS 与 NNA 都是做微量元素分析的,两者的差异主要在哪方面?

1. 在 ICP-MS 推广前,NAA 以多元素测量,灵敏度高\样品处理简单等优势,现在应该说样品处理简单是优势
2. 中子活化应该是一种无损分析。ICP-MS 肯定要处理样品了。但是 ICP-MS 的检测下限肯定是比中子活化要低的。
3. NAA 是 NDA(非破坏性分析)方法,以一定能量的中子打在样品上,一些元素被中子活化成具有一定放射性的新核素,然后以放射性测量仪器探测,计算出样品中被测量元素的含量.对于中子截面高的核素,如 B,Nd,Sm 等不能用.一些元素的绝对检测限极高。

二五六、移液枪的枪头如何处理?

1. 清洗并重复使用是可以的,但是要注意好的枪头是经过硅烷化处理的,所以使用时表面张力等因素的影响会降到最低,而反复清洗后的枪头很容易挂液,影响移液强的精度。你可以用新的枪头和旧的枪头去校一下你的移液强,精度会存在一定的差异,你再比较一下你两次校准的方差,应该也会有较大的不同。

2. 酸洗后再用,没什么问题的,我们都一直这样

二五七、昨天调谐,发现中重元素的灵敏度很低,怎么调都上不去.清洗进样系统,更换双锥,清洗离子透镜系统,再调协还是不管用,各位给一些意见和建议.

1. 房间太潮湿! 房间温度过高! 应该是这两个问题当中的一种。。。
2. 交叉校正没做好
3. 影响灵敏度的因素有很多,内因与元素自身的电离能相关,若元素的电离能很高的话,则灵敏度相对较低,反之则高,外因与进样系统,仪器的真空度,ICP 离子源所提供的能量,离子透镜系统,电子倍增器等息息相关...我想可以进行单因素试验优化参数吧
4. 问题解决了,原来是四极杆的一个参数动了,修改后正常.建议仪器的三色参数不要随意动,改为隐藏.

二五八、ICP-MS 的取样是怎么样? 液体的话还理解,要是固体怎么取样和进样呢? 比如硅.

一般是将固体变成液体.固体直接进样,需要 LA。LA 是 laser ablation 激光剥蚀或者是激光烧蚀。与 icp-ms 联用可直接用于固体样品的微区分析

二五九、为什么 ICP-MS 在分析水中铁时,在样品中加入 1%硝酸和 2%硝酸结果相差超过 20%,我在原子吸收上测试过硝酸中铁空白很小,是酸的浓度影响测试结果? 还是有其他原因?

首先,您可以再重复一下实验。。看看结果是否还是差了 20%。

其次。原吸和 ICP-MS 的灵敏度差异很大,所以,原吸上测地铁空白一般不会很大。再者,铁在 ICP-MS 上的干扰很多,你选的同位素,是 54、56、还是 57。用的是标准模式,还是消除干扰的模式。干扰有没有完全消除。还有,你的酸是不是比较干净,还是本身就有很高的铁

二六零、仪器有个 5 伏电源坏了,才修好,好长时间没开机了,今天开机,发现点火老失败,而且启动点火按钮后泵也不转动

1. 检查下气体是否正常。(压力、流量)如果 没问题的话你把功率调大一点点试一试。泵不转动对点火没什么影响。但是如果长期不转可能是电机坏了。或是接触不好。

2. 仪器是空气电容的吗,看看 ip 电流,观察点火时"烟筒"里有没有火花

3. 故障 1: 矩管点燃,循环水指示灯时闪时断,火焰突灭不能工作。

原因:(1) 循环水冷却,系统泵压不足。

(2) 磁动仪表保护开关预值过高,经常处于长闭状态,出现假保护现象。

检修:(1) 在原有的循环水管路中串接增压泵,增加整个水管路中的压力。

(2) 除去磁仪表开关,使水流直接进入矩管系统,保持长流水。

故障 2: 反射功率超设定值,矩管源点不着火。

原因: 集成板 741 无输出正电压信号,使反射功率无法调整,控制电路失调,片子损坏。

检修: 更换集成块 741

故障 3: 按矩管电源前面板 RF-ON 键,点不着火,矩管高压耦合电容连续抖动,按键,灯不断闪动,电容打火放电。

原因: 高压耦合双连电容的高压多股镀银线接触不良,不断打火发红,电容值改变不稳,导致矩管能量不能按预设值耦合,故无法点燃矩管。

检修: 利用外套屏蔽镀银线的电缆代替高压连线,用银焊接上。

4. 点不火有以下可能

- 1.设备气路漏气
- 2.氩气不够纯。
- 3.设备自检没完成
- 4.设备光路不通，
- 5.循环水路不通

二六一、仪器在使用过程中熄火的可能性有哪些啊？工程师说一是我们的风机风量不够稳定；二是用的氩气纯度不够，最好用 99.999%的高纯氩，原来用的是 99.99%的。不知道大家对此有什么建议？

1. 这个问题可以借鉴 ICP-OES 的熄火问题，氩气纯度要 5 个 9 以上哦，管路不要漏气或者堵气，气体压力一定要达到限定值。
2. 空气压缩机管道堵塞令压力不够
3. 铜片破损
4. 氩气压力不够或者没氩气了，还有可能房间内温度过高，发生器自我保护

二六二、我在测试一些金属材料中铅镉汞等元素含量时，发现汞附近的峰形好奇怪，有一个很大的干扰峰。有人说是基体干扰， 请问各大侠，有哪些方法可以消除这些干扰？而这些干扰对测试结果又有怎样的影响呢

1. 可以选择其它波长的谱线,也许就没有了基体干扰了
2. 试试基本匹配法
3. 汞本来受干扰就比较大,而且用 ICP 不怎么灵敏.从我个人来看这种情况比较难解决.解决方法有,也只是我的个人建议:1.采用其它的测试仪器,如:冷原子测汞仪.2.在这种样品溶液中加入标准溶液试试,根据具体情况调整加标,加标以后选择一个干扰比较小波长进行计算.3.找找干扰物质是什么,根据找到的干扰物,并确定干扰物的波长,总能找到不受干扰的波长吧
4. 标准加入法
5. 汞本来受干扰就比较大,而且用 ICP 不怎么灵敏.从我个人来看这种情况比较难解决.解决方法有,也只是我的个人建议:
1.采用其它的测试仪器,如:冷原子测汞仪.
2.在这种样品溶液中加入标准溶液试试,根据具体情况调整加标,加标以后选择一个干扰比较小波长进行计算.标准加入法:标样，它与样品毕竟不同。标样中通常有实验室进行样品处理时所采用的试剂，而样品中还有除试剂之外的其它物质。不同类型的样品对样品的传输及等离子体产生不同的影响。很高浓度的一种元素可能会对另一种元素的灵敏度产生影响。因此不能保证标样中 1 ppm 的元素所产生的强度与样品中 1 ppm 该元素所产生的强度完全一样。

解决方法

标准加入法的采用就是一种为克服这种问题所采用的方法。该方法在一个未知样品中加入一系列已知浓度的标样，系统因而可测出加入标样后与加入前强度的变化。如果样品中存在某种不确定的因素影响被测元素的响应值，该因素对加标后和加标前的样品之影响是相同的。

标准加入法校正，将加标后的一系列样品和加入前的样品进行比较。

这样可以麻烦一点,但是一般来说是能解决问题的了

二六三、为什么 ICP-MS 的样品溶液的介质最好是硝酸？

1. 这和硝酸盐大多溶解性比较好有关
2. 这是因为硝酸所带入的同位素 H、N、O 都是原来空气中就有的，并不带入新的同位素干扰。而硫酸和盐酸等会带入 S、Cl 等同位素的干扰，所以说用硝酸好一些。当然，S、Cl 不会对测量元素产生干扰，那用硫酸、盐酸也没有问题。
3. 但是如果分析 Si 的话，最好用盐酸,会降低 N₂ 的空白.
4. 有一点拙见:硫酸,磷酸粘度较大,雾化效果不是很高,对管道的污染也较难洗脱.不知是否正确.
5. 硝酸干扰是比较少
6. 另外一个原因是比较容易获得高纯度的硝酸.
7. 有些酸会对 Ni 锥造成损害，所以不建议用。当然更没有人会用 HClO₄，它在锥上形成高氯酸盐，会有爆炸危险
8. 主要原因有二：
 - 一、硝酸的溶解能力比盐酸强
 - 二、⁴⁰Ar³⁵Cl ⁷⁵As 容易产生分子干扰

二六四、大家觉得 ICP-MS 测试中最难的一点在哪里呢？

1. 我觉得第一信号会漂移。。其实稳定性都不是非常好，我不知道仪器验收时长期稳定性都是怎么过关的。。还是开始时是好的，用着用着才都漂了。。而所谓的内标法也不一定都能完全解决这个问题。而且还增加麻烦。。不过呢，这其中有一个原因是，我所做过的样品要么浓度太大、要么浓度太低。。这也是我一直纠结的地方
2. 要注意仪器的预热时间，另外注意光谱背景，整个元素离子质谱中的随即背景要比较均匀，对于雾化器系统引用试液溶液方法来说，空白在 1%硝酸下所产生的相应会有相当高的峰，采用边界层取样方式和连续流取方式的响应会有些差异，峰的相对强度也会随着工作条件变化，谱线干扰问题也要注意，复杂的谱线重叠干扰和背景强度也随基体而变化，这点质谱联用来说相对 AES 要好些，但依然存在，尤其要注意!! 所谓浓度太大，则可以采取逐级稀释，稀释一定要精确，也要注意!!

二六五、同样都是雾室,玻璃的雾室在 ICP-OES 中强度比特氟龙的高,为什么就不能特氟龙雾的灵敏度提高一些呢?或者把特氟龙的构造做成一样的构造呢?

1. 雾室是和雾化器配套的,针对高盐,含 F 样品和普通样品用不同的雾室是和雾化器.
2. 特氟隆雾室一般用于高盐样，不好比较的，如果是同样高盐环境出现这种情况，就要考虑材质问题或结构差异了。