

## hplc原理及操作 ( hplc原理及操作PPT免费 ) - 网创妙策

还在为ICP-MS使用当中遇到的各种问题烦心吗？有热心网友总结了网上一些有关ICP-MS的问题，与广大网友分享。180个问题的回答，不知道这位网友花了多少时间呢，对于这种“辛苦我一人，幸福千万家”的无私奉献精神，让我们致以崇高的敬意。

180条有点长，但是应该还有总结不到的地方欢迎大家在留言中继续列出自己的问题。

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。

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

12C16O21H+, 28Si16O1H+, 29Si16O+, 14N216O1H+, 13C16O2+  
pe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

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做事?

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,并且使其接地,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,这两元素不好测,你们有原子荧光吗? 用它测这两元素估计更好些,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. 稀释在这里应该是没有作用的。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、H<sub>2</sub>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, 如果使用高纯氩, 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HF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、是你所解的问题，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HNO<sub>3</sub>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。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58Ni，可以很好地消除40Ar18O、40Ca18O、23Na35Cl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<sub>2</sub>H和O<sub>2</sub>H造成的, 低含量的不太好测, 如果测SI, 最好用HCL介质和高纯氦气, 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. 一般机器调协不必要用到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。最常用的时炬管的位置的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°C 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 to 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. 机械泵出问题了吧

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(18~20C，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ICPMS同位素分析理论精度约位0.05%RSD.

单接受高分辨ICPMS同位素分析理论精度与四极杆ICPMS精度相当.

多接受高分辨ICPMS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 $^{14}\text{N}^{14}\text{N}$ ,  $^{12}\text{C}^{16}\text{O}$ 干扰, Si29受 $^{14}\text{N}^{14}\text{NH}$ ,  $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{H}$ 干扰,  
Si30受 $^{14}\text{N}^{16}\text{O}$ 干扰

P31受 $^{14}\text{N}^{16}\text{OH}$ 干扰

S32受 $\text{O}_2$ (32)干扰, S34受 $\text{O}^{16}\text{O}^{18}$ 干扰

空气中的 $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ , 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分析是一般是用酸溶法,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 $\text{HNO}_3$ -HF联合消解。按照常规的方法是 $\text{HNO}_3$ -HCL-HF- $\text{HClO}_4$ 联合消解, 但是据专业人士说ICP-MS不能用 $\text{HClO}_4$ , 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, 看看这样是否会有改进。

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 , 如有的氦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ICP MS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,但氟要视情况而定.
5. 氟的电离电位太高不能作，溴和碘是可以作的。
6. 氟溴碘都可以测，但因氟的电离能太高，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 $^{14}\text{N}^{14}\text{N}$ ,  $^{12}\text{C}^{16}\text{O}$ 干扰, Si29受 $^{14}\text{N}^{14}\text{NH}$ ,  $^{12}\text{C}^{16}\text{OH}$ 干扰, Si30受 $^{14}\text{N}^{16}\text{O}$ 干扰

P31受 $^{14}\text{N}^{16}\text{OH}$ 干扰

S32受 $\text{O}_2$ (32)干扰, S34受 $\text{O}^{16}\text{O}^{18}$ 干扰

空气中的 $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CO}_2$ , 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.