NexION 2000 型ICP-MS操作规程

1 仪器组成与适用范围

PerkinElmer NexION 2000型电感耦合等离子体-质谱仪（ICP-MS）主要有电感耦合等离子体、四级杆质量分析器、检测器、冷却水系统、真空系统、计算机控制及数据处理系统组成。适用于元素的定性和定量分析。

2 环境及系统要求

实验室温度应在15～30℃之间，相对湿度20%～80%之间，一起电源电压为（200～240V），频率50～60Hz。

高纯氩气（纯度99.996%以上），使用压力85-100psi。

冷却水，温度20℃± 2℃，压力45‐65 psi，水量70‐80％的总体积。

1. 仪器的准备

3.1开机准备

3.1.2 确认仪器供电、排风、气路（充足氩气，纯度99.996%以上，压力85-100psi）系统正常。

* + 1. 打开电脑、显示器。
    2. 打开NexION仪器开关。主机电源Instrument→RF电源RGF→按下Vacuum按键大约5秒 。10分钟左右，ICP-MS主机左上角面板在绿色的LED前灯开启，指示仪器真空到达Ready状态。
  1. 点火准备与点火
     1. 检查氩气。总量不低于气瓶总量的10%或者总压力不低于90—110 psi。如果需使用池技术，检查DRC/KED 气体。
     2. 打开冷却循环水。（循环水颜色没变化，水量：70‐80％的总体积，压力：45‐65 psi，温度：20℃± 2℃）。
     3. 电脑运行NexION →在 Instrument 窗口检查仪器状态。
     4. 确认蠕动泵管完好、并且连接正常。
     5. 执行Plasma点燃操作。

点燃等离子体以后，将样品管放入 1‐5% HNO3 溶液中冲洗10分钟，如果已经联接好自动进样器打开NexION软件，进入Device →Autosampler→Autosampler Type, Tray Name 确认→ Initialize 测试自动进样器是否正常。

1. 仪器日常性能检查和优化
   1. 按步骤点燃等离子体，稳定10 分钟以上。
   2. 吸入1 ppb Setup 溶液（货号N8145051，1 ppb Li, Be, Mg,Fe, In, Ce, Pb, U），确认溶液进入到雾化室，并且稳定。
   3. 单击SmartTune ,选择 SmartTune Manual→右键单击STD Performance Check→选择Quick optimize。
   4. 如果结果为“Passed”，结束调谐，可进行标准模式（STD）样品分析。
   5. 如果结果为“Failed”，则需要依次进行“Torch alignment”，“Nebulizer Gas Flow STD/KED[NEB]”，“QID STD/DRC”的优化，之后再选择Performance Check，结果为“Passed”，结束调谐，可进行标准模式（STD）样品分析。
2. 样品分析和测量
   1. 新建编辑或者调用已存分析方法。

5.1.1 单击“Method”进入界面。单击→“New Method”。

5.1.2 在“Timing”界面依次输入读数条件。

5.1.3 右击分析物“Analyte（\*）”栏，激活元素周期表，选择需要测定的元素。查看元素同位素，选择适当同位素。

5.1.4 为每个同位素选择工作模式。右击“mode（\*）” →选择工作模式“STD/DRC/ KED”。

5.1.5 在“Calibration” 界面设定标准浓度及线性类型。

5.1.6 在“Sampling ”下设定蠕动泵泵速。

5.1.7 单击“” →命名并保存方法文件。

* 1. 准备好标准品和待测样品。
  2. 自动进样分析

5.3.1 编辑样品信息。

5.3.1.1 单击“Batch”，创建样品序列。单击“Sample Template…”，填写包括“Sample ID”、 “Auto Sampler Position”和“Range”在内的信息。

5.3.1.2 右击“ Measurement Action(\*)”，选择分析动作。比如“Run Blank, Stds, and Samples“和“Run Sample”。可进行列填充，选择你要填充的部分，右击，单击“Fill Down”。

5.3.1.3 右击“Method(\*)”，选择分析方法。可进行列填充，选择你要填充的部分，右击，单击“Fill Down”。

5.3.2 执行分析

单击“Analyze Batch Samples”执行分析。

在分析过程中，可执行样品插入、添加等动作。

1. 关机
   1. 样品分析结束后，吸入 2% HNO3 和超纯水分别冲洗5分钟。
   2. 将进样管从溶液中取出，排空雾室中的残留溶液，单击“Plasma” →Stop。
   3. 松开进样泵管、排液管。
   4. 约1‐2 分钟后，仪器进入待机状态，关闭氩气、He气、DRC气、关闭循环水。
   5. 退出软件，关闭电脑、显示器、打印机。
   6. 如果长时间不运行的情况下，依次关闭主机电源、稳压器。
   7. 做好仪器使用记录。

仪器使用注意事项：

1. 工作气体为高纯氩气：纯度99.995%。
2. 检查炬管及接口、RF线圈、蠕动泵管的状态，及时清洗和更换。
3. 检查冷却水是否工作正常，确保循环水无变色或者菌类滋生。
4. 在准备开机点火工作之前确定NexION已经处于Ready状态;仪器面板左侧的LED 灯呈绿色开启状态。
5. 使用2-5％硝酸对仪器清洗10分钟，等离子体点火以后，仪器的真空度一般为 1.0e - 006托尔或者更低。
6. 未经专业培训人员不得使用该设备。
7. 操作中遇不明故障和问题，请及时与厂方专业技术人员联系。