

IRIS Intrepid II XSP ICP-OES 操作简介

1. 仪器的准备

(1) 开机

- A) 开启仪器主机电源开关(右侧下方红色的闸), 预热4小时以上 。
- B) 确认有足够的氩气用于连续工作 (储量 ≥ 1 瓶) 。
- C) 确认废液收集桶有足够的空间用于收集废液 。
- D) 打开氩气并调节压力在 0.5- 0.8 MPa 之间 。
- E) 若仪器处于已开机状态并未通氩气, 应关主机电源 (右侧下方红色的闸), 通氩气, 马上再开主机电源(氩气在机器开启之前通, 自检才能通过)。
- F) 启动 TEVA软件, 检查联机通讯情况 。

(2) 点火(ignite)

- A) 再次确认氩气储量和压力 。
- B) 检查并确认进样系统 (炬管、雾化室、雾化器、泵管等) 是否正确安装 。
- C) 上好蠕动泵泵头 , 把进样管放入去离子水水中 。
- D) 开启排风 。
- E) 通气满 1 小时后, 打开 TEVA 软件的 plasma status 对话框进行点火操作, 点火条件可设: 功率 1150 w; 压力 28 psi; 泵转速 110 rpm; 辅气流量 0.5 L/min 。

(3) 稳定

- A) 光室温度控制在 90 ± 0.5 F 。
- B) CID 温度 $< -40^{\circ}\text{C}$ 。
- C) 等离子体稳定 15 至 30 分钟 。

2. 关机

- (1) 分析完毕后 , 用去离子水冲洗进样系统 10 分钟 , 熄火 。
- (2) 点击 “shut down” 使仪器处于 “待机” 状态 。
- (3) 待 CID 温度升到 15°C 以上后(在 “Tools” 之 “CID Temperature” 选项中观察), 关闭氩气(全过程大约需几分钟)。
- (4) 关闭排风, 松开蠕动泵泵头 。

3. 停机

若仪器长期停用 , 关闭主机电源和气源 , 使仪器处于 “停机” 状态 。

4. IRIS Intrepid 系列光谱仪 TEVA 软件操作简介

4.1 TEVA 软件分析样品需经以下几个步骤:

- (1) 用各元素标准溶液的全谱校正元素谱线波长(每隔一段时间做一次)。
- (2) 拍全谱确定未知样品中的元素(可以是预知的)。
- (3) 选择合适的谱线进行定量分析。
- (4) 确定分析条件用以优化分析谱线信号。
- (5) 测定标准系列-测量元素浓度与分析谱线强度之间的关系。
- (6) 必要时采用已知浓度的样品作为 QC 样分析, 用以检查方法的可靠性。

(7) 测定空白和未知样品。

(8) 产生报告并保存。

4.2 定性分析简要步骤

(1) 新建方法

A) 双击 Analyst 图标，在选择方法对话框中选择取消，并点击主菜单中方法，在下拉菜单中选新建方法。

B) 在弹出的元素周期表中，点击欲进行检出的元素，弹出元素的谱线表(必要的话，可从谱线库中选择指定波长的谱线添加于其中，但必须预先用标准溶液校正后使用方准确)，选择合适的谱线，经确认后回到分析窗口。

C) 点击窗口右下方状态栏中的浏览/修改等离子体条件图标，在对话框中依据样品待测元素的性质修改条件(如功率、雾化器压力、泵转速、辅气流量等)，经确认后回到分析窗口。

(2) 摄谱

A) 从工具栏中点击拍摄全谱快捷键，在弹出的运行全谱对话框中：给谱图命名并选择自动保存；设定摄谱的条件(如波长范围、曝光时间、样品清洗时间等)。若选智能拍摄，得到的是一幅合成谱图。系统会采集一系列不同曝光时间(0.3s, 3s, 10s, 30s)的谱图，根据每条谱线的强度来选择每条谱线的最佳曝光时间，以避免溢出。

B) 点击运行，仪器开始采集全谱谱图。当拍摄全谱的快捷键重新变亮，即可进行下一幅全谱的拍摄。

(3) 译谱

当一幅全谱采集完毕，谱图出现在分析窗口正中央，信息面板和工作框出现在右边。谱图上的每个斑点都代表一条谱线，矩形框象征每条谱线的区域，另工具条上还有为研究谱图专设的功能图标。在信息面板的上部提供了用户选定谱线的信息：如波长，光谱级次，光斑在 CID 检测器上的像素位置以及像素上的光量子数。在信息面板的下部提供了关于每个元素典型谱线的信息。Analytical Elements 文件夹提供了系统所能检测的所有元素的列表以及其典型谱线(必须激活才会出现对应的谱线框)，而 Method Elements 文件夹包含有方法中所选定的元素及其谱线，不同的彩色框代表不同元素谱线的位置，通过放大还可观察到谱线情况。当您放大彩色框区域时，彩色框上即会显示元素名称、波长和级次。

根据二~三条灵敏线处彩色框中光斑出现与否，以及该处有否其它元素干扰等信息可以确定样品中含有哪些元素。

4.3 定量分析简要步骤

(1) 建立方法

当方法建立后可储存起来，供以后使用。当要运行数据库中已有的方法时，只要从方法窗口的文件下拉菜单选打开，从方法列表中挑出所要方法即可。

A) 建立一个新方法



Analytical Elements	
Ag	Silver (47)
Al	Aluminum (13)
As	Arsenic (33)
Au	Gold (79)
B	Boron (5)
Ba	Barium (56)
Be	Beryllium (4)
	234.861 (143)
	313.042 (107)
	313.107 (107)
Bi	Bismuth (83)



Method Elements	
Ag	Silver (47)
Cr	Chromium (24)
Fe	Iron (26)
Ni	Nickel (28)
Si	Silicon (14)
Ti	Titanium (22)
Zn	Zinc (30)
Zr	Zirconium (40)



Status	
Analysis Preferences	
Automated Output	
Report Preferences	
Checks	
Sequence Automation	
Plasma Settings	
Internal Standards	
Standards	
Elements	
Element Reports	

选择元素和合适的谱线。点击 File 菜单，选择 New，弹出元素周期表。移动鼠标点击所选择的元素(浅色的元素是可选的)，即弹出一包含该元素定量分析的谱线和级次对话框。

(a) 选择定量分析所用谱线。元素选择最佳的谱线原则为：

- ✧ 在低波长(即 UV)，最好选择靠近谱图中心位置的谱线。
- ✧ 在高波长(即 Vis)，谱线往往远离谱图中心位置，最好选择背景简单的谱线。
- ✧ 往往一条谱线拥有 2-3 个级次，有必要检查每一个级次(通过测量检出限和精密度)，以便确认哪一条谱线最好。

✧ 辨别有无样品中其他元素干扰(点击所要使用的分析线，右栏将显示其他谱线的干扰情况)。

- ✧ 双击分析谱线，谱线即被选定。

(b) 编辑方法

方法栏是用于帮助分析人员建立/修改方法的。每一条目都可以打开一个用于修改方法特定部分的对话框。

其中相关的基本选项包括：

✧ Analysis Preferences--用于设置各种不同的常规参数：如样品分析重复次数，延迟时间，样品清洗时间，高、低波积分时间。校准类型可选择浓度。光源类型-ICAP。

✧ Automated Output--当对所有的样品类型使用相同选项(如自动保存)，请按 Apply to All Sample Types 键。

- ✧ Report Preference--每一个样品类型都对应一个报告参数对话框，格式是相同的。

✧ Plasma Settings--等离子体设置对话框是为方法设置各种仪器参数，它将取代仪器启动时在等离子体控制面板上的设置。

✧ Standards--标准对话框用于定义每个标准，在此输入每个标准的信息，用于产生标准曲线，注意检查每条谱线极其对应的浓度范围。

- ✧ Elements--对话框包含方法中所有的元素，以及与元素相关的信息。

✧ General--元素参数选项：Timing/Gate1 和 Gate2 是为特定的谱线提供积分时间。Gate1 是指样品进入到等离子体到开始采集数据这段时间，Gate2 是指到采集数据结束为止这段时间。Print units 为样品浓度单位。Significant Figures 为有效数字的位数。Standards 选项用于输入标准样品信息，另外，还用于通过斜率来对标准进行校准。Fit 选项用于显示工作曲线及其信息。IEC 选项用于输入干扰元素校正系数。Subarray 选项包括数据采集的信息，用以优化每个元素的系统性能。

✧ Element Reports--提供关于所有谱线参数的概况，其内容在报告中是不能改变的。主要有四种类型报告：General Report/Subarray Report/Standards Report/Calibration Report

B) 保存方法

方法可以在任何时候通过 Method 菜单中的 Save(或 Save As)命令来保存，并输入描述的名称。

(2) 测定标准溶液系列

从工具栏中点击标准溶液测定快捷键，按弹出的对话框的提示，依次测定标准溶液系列，测定结束，点击对话框中的 DONE。从 Elements 中 General 可以观察标准系列的线性等。

(3) 测定样品

从工具栏中点击空白测定快捷键测定，系统将测定并显示空白中每条谱线的强度。从工具栏中点击未知样品测定快捷键测定，系统将测定并显示未知样品中每条谱线的强度。

(4) 打印结果

从工具栏中点击多样品同时显示快捷键，将光标移到显示内容中，点击右键，对话框中选择打印，打印出分析报告



Zoom 放大



Unzoom 缩小



Lighten 加亮



Darken 变暗



Maps 此时不可用。



2d 呈现一幅柱状图，用于表示较小区域内每个 pixel 的相对强度。