

# ICP-OES 操作规程

## ➤ 测试流程



### 一、设备开机

<p>1 打开 Ar 气体 (0.6~0.8Mpa)</p>	<p>2 打开排气风机 (左后墙壁)</p>	<p>3 顺时针开启电源 (热机约 30min)</p>	<p>4 启动软件, 自检 (温度 14~16℃)</p>	<p>5 连接蠕动泵管 (橙-进样/蓝绿-废液)</p>

注: 设备电源若为首次开启, System information 中 Temperature Optics 需达到 14~16℃后方可进行以下步骤。

### 二、启动等离子体

点击 ICP Analyzer Pro 软件主界面右上角图标, 如下图界面, 选择 SolidState Generator 进行等离子体参数设置。

1. 气体预冲洗：点击“①”，右上角显示倒数时间 300s；
  2. 启动等离子体：点击“②”，右上角显示倒数时间 90s；
  3. 修改并应用等离子体参数：常规设置“a-1200, b-12.0, c-1.0, d-1.0”，点击“APPLY”；
  4. 启动蠕动泵：待“3”步骤完成后点击“④”，并将进样蠕动泵管放入超纯水中；
  5. 调整泵速：在“⑤”处修改泵速，一般为 2mL/min，点击“⑥”设置泵速。
- 注：等离子体参数需与方法测试参数一致下稳定 $\geq 20\text{min}$ 方可进行第四流程：标曲测试。

### 三、方法建立

点击 ICP Analyzer Pro 软件主界面左侧图标，点击左上方“New”新建方法，输入方法名称与描述，点击“OK”（若采用标准加入法需勾选 Standard Addition）。

1. 谱线选择：点击“Line selection”进入谱线选择界面，添加所需分析的元素谱线。  
元素谱线添加方式：

- 1) 在“①”处输入待测元素，点击“+”或双击谱线添加，优先选择 Priority 为 1 的谱线；
- 2) 点击“②” PTE 图标，双击元素自动添加优先级为 1 的谱线或在元素处右击后选择谱线。



Method Lines

No	Element	Name	Wavelength /nm	Line Name	Line Type	Unit	Raw Unit	Line Switch
25	Mn	Manganese	257.611	Mn 257.611	Analyte	mg/l	mg/l	<input checked="" type="checkbox"/>
26	Fe	Iron	259.941	Fe 259.941	Analyte	mg/l	mg/l	<input checked="" type="checkbox"/>
20	Ca	Calcium	396.847	Ca 396.847	Analyte	mg/l	mg/l	<input checked="" type="checkbox"/>

已选择的元素和谱线

删除谱线和顺序移动

添加 Lines to this Method

Wavelength /nm Ion Intensity Priority

+ 257.611 Mn II 176000 1

+ 259.373 Mn II 48800 2

Pick Element from Periodic Table

Hit: Double click - add highest priority line. Right click - select from priority lines.

2. 测量条件设置：点击“Measurement Conditions”进入参数设置界面。



Ca, Mn, Fe20210223

Version 3.1.2

Regression 2021/3/24 17:33

1 Description

2 Line Selection

3 Pseudo Elements

4 Measurement Conditions

5 Standard Definitions

6 Line Definitions

7 Regression

Overall Measurement Time 102 s

Replicate Count 3 测量次数

Solvent Water

Nebulizer Crossflow

Show Method Lines

设置预冲洗时间

Duration /s	Sample Flow /ml/min
1 10.0	4.0
2 20.0	2.0

SYSTEM FLOWS

Light Tube Flow 1.00 l/min [0 l/min - 4.00 l/min]

SOP (1) Optical Section: 285.71 nm - 770.85 nm

Plasma Power 1200 W [500 W - 1700 W]

Coolant Flow 12.00 l/min [6.00 l/min - 20.00 l/min]

Auxiliary Flow 1.00 l/min [0.60 l/min - 3.00 l/min]

Nebulizer Flow 0.80 l/min [0.40 l/min - 1.50 l/min]

[0 = Off]

USE CURRENT CONDITIONS

Sample Flow 2.0 ml/min

Stabilization Time 0 s

Measurement Timing Strategy Standard Measurement Time 8 s

SOP (2) Optical Section: 162.845 nm - 285.71 nm

Plasma Power 1200 W [500 W - 1700 W]

Coolant Flow 12.00 l/min [6.00 l/min - 20.00 l/min]

Auxiliary Flow 1.00 l/min [0.60 l/min - 3.00 l/min]

Nebulizer Flow 0.80 l/min [0.40 l/min - 1.50 l/min]

[0 = Off]

USE CURRENT CONDITIONS

Sample Flow 2.0 ml/min

Stabilization Time 0 s

Measurement Timing Strategy Standard Measurement Time 28 s

设置等离子体参数与积分时间

例：若待测元素波长在 285.71-770.85nm，则勾选 SOP (1) 条件，取消 SOP (2) 条件。

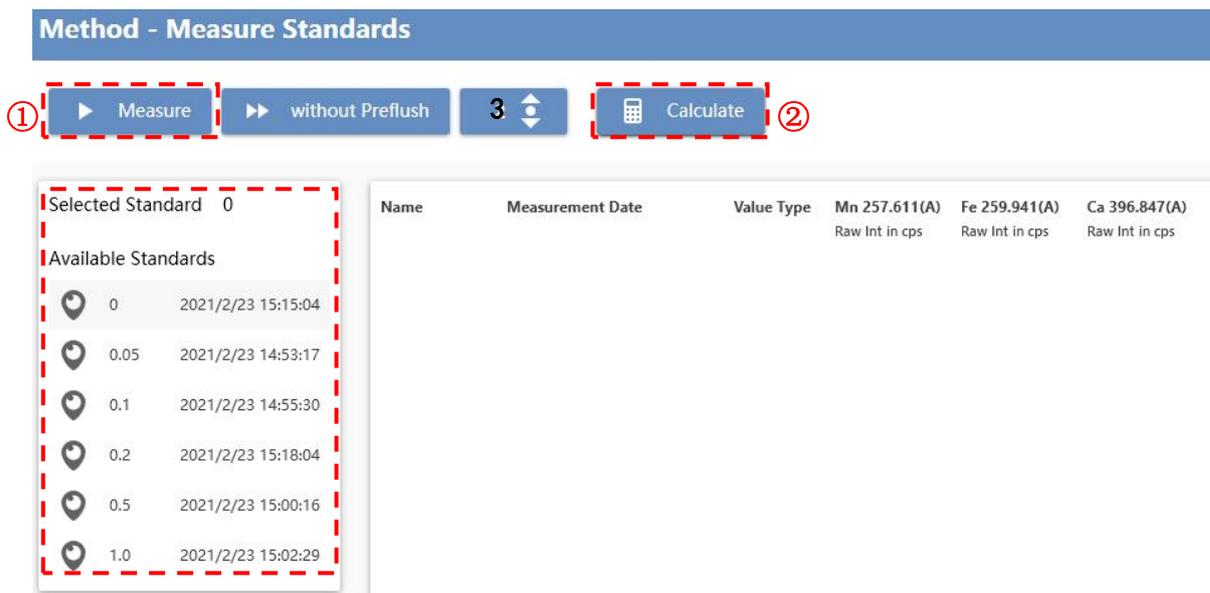
3. 标曲定义：点击“Standard Definitions”设置标曲点与对应浓度 mg/L。  
 点击“① ADD”并在弹出框输入标液信息，点击“② Create”并形成系列标曲点“③”，  
 在“④”中设置每个标曲点对应的浓度和单位。



#### 四、标曲测试与绘制

待方法建立完成后，点击上图“⑤ Measure Standards”进入标曲测试界面。

1. 标样测试：选中标样，将进样蠕动泵管放入对应标样后点击“① Measure”，待测试结束后点击“Finish”保存当前结果，软件自动选中下一标样，依次完成所有标样测试后点击“② Calculate”确认标曲相关性结果。



2. 谱线定义：点击“Line Definitions”进入谱线设置界面，主要是波长位置和背景。

1) 方法在“① Method Lines”中选择需要设置的谱线，方法中所有谱线均需进行设置；  
 2) 点击“② Zoom”放大图谱，左键选择框住谱峰进行放大，双击缩小至原图；  
 3) 点击“③ Peak”调整谱线位置，左键点击在谱峰最高位置或按住移动使红色虚线在信号最高处，完成设置；

4) 点击“④ Background”添加谱图背景，在灰色区域内，拖动峰底左右两边平坦的位置，形成左右背景，点击“⑤”可删除已设置的背景（也可选择左或右其中一处背景）。

注：点击“⑥ ADD”可输入其他样品谱图，在“⑦ Degree”可进行背景水平或曲线方式的

设置，在“⑧”处可对谱图相关内容进行显示设置。

3. 线性回归（相关性）：点击“Regression”进入线性回归查看界面。在“①”处选择测试元素，在“②”处查看线性回归曲线与相关性情况，在“③”处调整标样是否参与回归。

① 查看回归曲线与相关性

② 选择标样是否参加回归

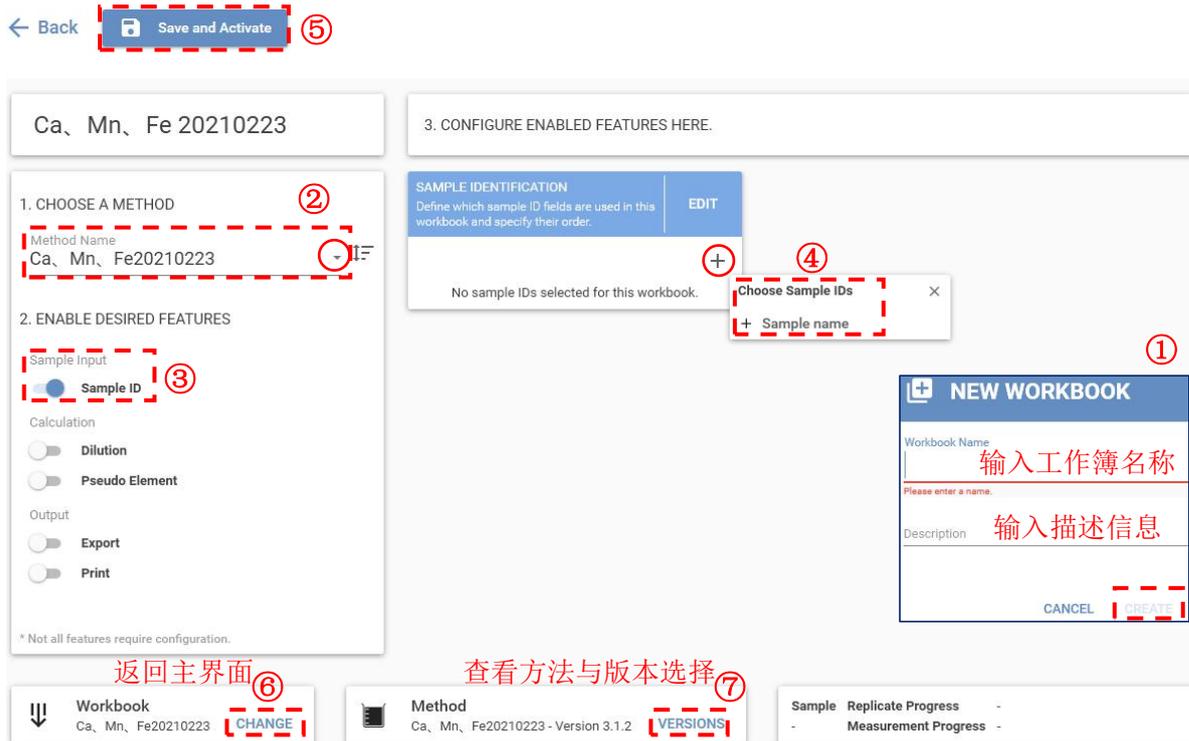
Standard	Use	Weight	Intensity /cps	Intensity SD / cps	Cert. Conc./mg/l	Prep. Corr. Cert. Conc./mg/l	Calc. Conc./mg/l	Rel. Diff./%	Calc. Conc. Use
0	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2.529E+002	2.680E+000	0.000000	0.000000	-0.002223	-0.002223	
0.05	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1.074E+004	2.127E+002	0.0500	0.0500	0.0469	-6.67	0.0469
0.1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2.149E+004	3.147E+001	0.1000	0.1000	0.0972	-2.87	0.0972
0.2	<input checked="" type="checkbox"/>	1	4.656E+004	1.429E+002	0.2000	0.2000	0.2146	6.82	0.2146

## 五、样品测试

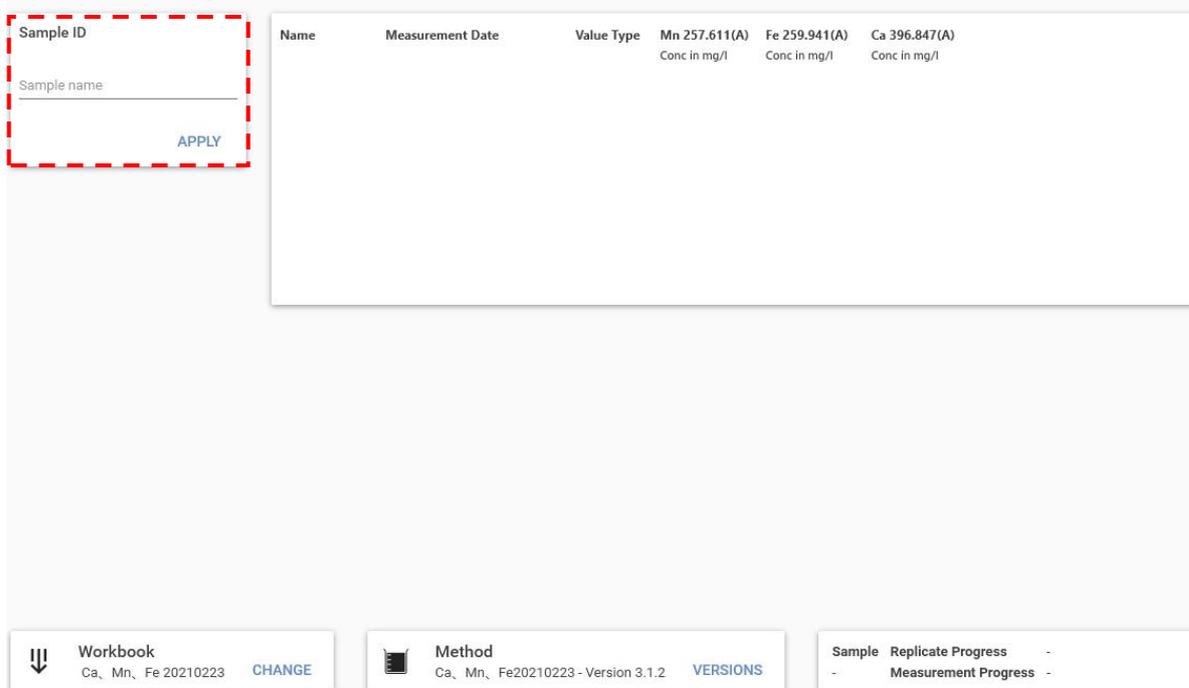
点击 ICP Analyzer Pro 软件主界面左侧图标，点击左上方“New”新建测试工作簿（若不是主界面，则点击左下方“CHANGE”进入主界面），在“①”输入新工作簿名称与描述（建议与方法名称相同），点击“CREATE”进入下图工作簿设置界面。

1. 工作簿设置：点击“②”中倒三角选择对应测试方法，选中“③ Sample ID”，点击“④+”与“+ Sample name”添加样品测试信息，点击“⑤”保存激活工作簿并进入样品测试界面。

注：点击“⑥ CHANGE”可回到主界面，“⑦ Versions”可选择测试方法版本。

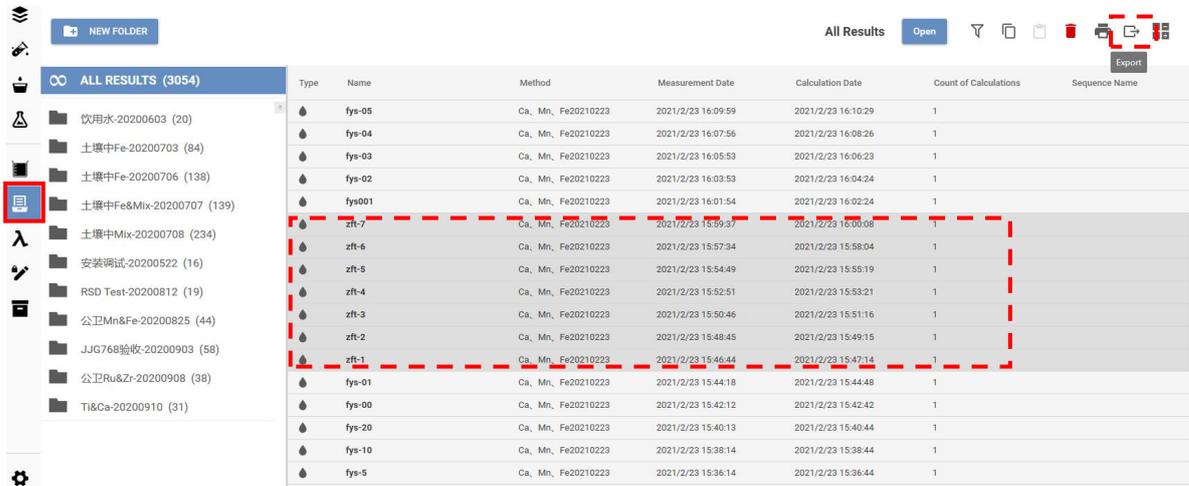


2. 样品测试：在“①”处设置测试次数（一般 2~3 次），将进样蠕动泵管放入对应样品，点击“② Measure”进行测试，在“③”输入样品名称并点击“APPLY”（在点击 Finish 前均可修改样品信息），待测试结束后点击“Finish”保存当前结果，并依次完成其他样品测试。



## 六、结果导出

点击 ICP Analyzer Pro 软件主界面左侧图标进入结果界面，选择对应测试结果后点击右上角“Export”图标与 Result 模板即可导出结果。导出结果路径：E:\Result。



Type	Name	Method	Measurement Date	Calculation Date	Count of Calculations	Sequence Name
	fys-05	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 16:09:59	2021/2/23 16:10:29	1	
	fys-04	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 16:07:56	2021/2/23 16:08:26	1	
	fys-03	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 16:05:53	2021/2/23 16:06:23	1	
	fys-02	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 16:03:53	2021/2/23 16:04:24	1	
	fys001	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 16:01:54	2021/2/23 16:02:24	1	
	zft-7	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:59:37	2021/2/23 16:00:08	1	
	zft-6	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:57:34	2021/2/23 15:58:04	1	
	zft-5	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:54:49	2021/2/23 15:55:19	1	
	zft-4	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:52:51	2021/2/23 15:53:21	1	
	zft-3	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:50:46	2021/2/23 15:51:16	1	
	zft-2	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:48:45	2021/2/23 15:49:15	1	
	zft-1	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:46:44	2021/2/23 15:47:14	1	
	fys-01	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:44:18	2021/2/23 15:44:48	1	
	fys-00	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:42:12	2021/2/23 15:42:42	1	
	fys-20	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:40:13	2021/2/23 15:40:44	1	
	fys-10	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:38:14	2021/2/23 15:38:44	1	
	fys-5	Ca, Mn, Fe20210223	2021/2/23 15:36:14	2021/2/23 15:36:44	1	

## 七、关机/登记

1. 将进样蠕动泵管放入超纯水中清洗约 2min 后，取出放置空气中直至废液管液体排空（有条件可先放 2~5%硝酸中）；

2. 点击 ICP Analyzer Pro 软件主界面右上角图标, 选择 SolidState Generator 选项并点击“Stop Plasma”，此时设备进入倒计时 20s；

3. 待等离子体熄灭后（20s 结束），①松开蠕动泵管，②关闭分析软件，③关闭设备开关（逆时针），④关闭 Ar 气体（顺时针），⑤关闭排气风机（可参考流程一：设备开机的相反步骤）；

4. 填写设备使用记录，整理桌面并带走个人物品。