

ICP-OES 常见问题

I5/Q1. 注意事项

I5/A1. 1、进样系统的玻璃器皿不要超声清洗，特别是雾化器，超声后容易损坏。 2、炬管潮湿时不能用于仪器上点火，否则容易损坏。 3、雾化器是进样系统中最精密，最关键的部份，需要很好的维护和使用，要定期的清理，特别是测定高盐溶液之后，雾化器的喷嘴，炬管的中心管口会积有盐份，造成气溶胶通道不畅，常常反映出来的是测定强度下降，仪器反射功率升高等；炬管上积尘或积炭都会影响点燃等离子体焰炬和保持稳定，也影响反射功率，因此要定期用酸洗，水洗，并吹干，经常保持进样系统及炬管的清洁。 4、采光锥拆下清洗再次装回去时要拧紧，否则如果采光锥跟冷却套接触不好会起不到被冷却的作用，在等离子体点火后容易烧坏。 5、仪器点火前应特别注意等离子炬上方不能有遮盖物品（比如度量尺），否则严禁点火。 6、每月清洗一次透镜、雾化器、进样器吸管，平时发现沾污应及时清洗（用 10%的硝酸清洗，注意只清洗玻璃部分，塑料部分不能接触硝酸）。 7、在点火以前应先通上载气观察雾化器的状态，当雾化器出气不畅时，应先处理，后点火；当样品分析过程中雾化器被堵塞时，应先熄火，处理完后再点火分析。 8、真空泵的机油大概一年更换一次。 9、分子筛大概每半年更换一次，分子筛通过处理后可以再使用 2-3 次。 10、一般情况下机器总电源开关一直开着。 11、保持机器周围环境的清爽干净。 12、样品中含氢氟酸时应充分赶干净后才进样，或者使用硼酸络合，否则应该用氢氟酸进样系统进行分析。

I3/Q22. 使用 ICP 氢化物发生装置时，反应试剂所用盐酸浓度应该配多少？

I3/A22. 实验结果表明，当盐酸浓度在 2 mol/L 左右，谱线强度最大，但如果优级纯的盐酸纯度不达标，20%的盐酸会导致空白很高，所以一般建议盐酸浓度配成 1 mol/L（约浓盐酸浓度的 10%）。

I3/Q21. 配制硼氢化钠还原剂时为什么要加氢氧化钠？

I3/A21. 由于硼氢化钠在酸性条件下很容易产生 H 而损失，失去还原性，所以必须保存在弱碱性溶液中。

I3/Q20. 氢化物测砷时为什么要加 KI 或 5%硫脲+5%抗坏血酸还原剂？

I3/A20. 因为参加反应的是三价砷，而在标样和样品中既有三价砷又有五价砷，加入 KI 或 5%硫脲+5%抗坏血酸还原剂的目的是将五价砷还原成三价砷，如果不加还原剂，结果可能会偏低。

I3/Q19. ICP 分析中的干扰有哪些，如何解决？

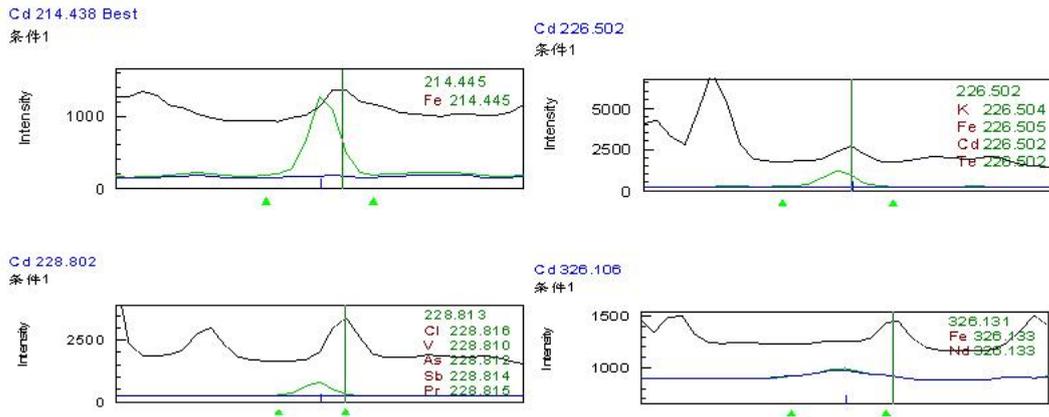
I3/A19. (1) 物理干扰：因物理特性的变化而产生的分析上的干扰称作物理干扰。由于 ICP 光谱分析的试样为溶液状态，因此溶液的粘度、比重及表面张力等均对雾化过程、雾滴粒径、气溶胶的传输以及溶剂的蒸发等都有影响，而粘度又与溶液的组成，酸的浓度和种类及温度等因素相关。 解决办法：采用内标校正法可适当地补偿物理干扰的影响，基体匹配或标准加入法能有效消除物理干扰。(2) 电离干扰：当在样品中共存有 Na、K、Ca 等易离子化的元素时，电离平衡发生偏移，发射光谱强度变化，原子线强度增加，离子线强度减少，由此产生的干扰称作离子化干扰。 解决办法：加入电离缓冲剂或使用标准加入法。(3) 基体干扰：基体效应来源等离子体，对于任何分析线来说，这种效应与谱线激发电位有关，但由于 ICP 具有良好的检出能力，分析溶液可以适当稀释，使总盐量保持在 1mg/mL 左右，在此稀溶液中基体干扰往往是无足轻重的；当基体物质的浓度达到几 mg/mL 时，则不能对基体效应完全置之不顾。相对而言，轴向观察 ICP 光源的基体效应要稍严重些。 解决办法：采用基体匹配、分离技术或标准加入法可消除或抑制基体效应。(4) 分光干扰：共存物质的分光原因引起的测定元素的发射光谱强度变动所产生的干扰称为分光干扰。 解决办法：扣背景，选择另外一条没干扰的谱线作为分析线，对于必须使用有干扰的谱线情况，可以使用干扰因子校正法 (IEC) 进行校正。

I3/Q18. ICP 测汞要注意哪些因素？

I3/A18. 汞是极不稳定的元素，最好现配现测，为了使汞更加稳定，一般会加入 0.05%的重铬酸钾。

I3/Q17. 什么是 IEC 校正，在什么情况下用？

I3/A17. IEC 校正又叫干扰元素校正，当待测元素各分析线均有干扰，如以下情况：



或者当元素浓度很低，必须使用最灵敏线进行测试而该分析线又存在谱线干扰时，可以使用 IEC 校正。原理是：配制干扰元素的标样，测量其在待测元素干扰分析线上的干扰强度，以及干扰元素在其自身分析线下的强度，测定样品时，测到样品中干扰元素其自身分析线下的强度，软件会根据测得的这三个强度自动算出样品中干扰元素在待测元素分析线下的干扰强度，然后计算校正系数

校正结果 = 分析元素测定值 - 干扰元素测定值 × 干扰系数

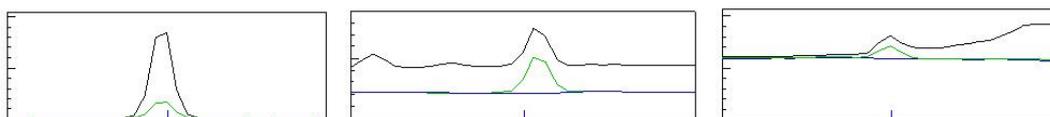
具体的操作可参考软件操作说明书。

I3/Q16. 什么是内标法，在什么情况下会使用到内标法？

I3/A16. 内标法即：往标样和样品导入相同量的内标元素（一般加钇元素）时，取测定元素的发射光谱强度（ I_s ）和内标元素的发射光谱强度（ I_r ）的比值。将此发射光谱强度比相对于测定元素浓度进行绘图，制作工作曲线，在实际样品中也测定它的发射光谱强度比，求出测定元素的浓度。其校正公式如下：校正后强度 = 校正前强度 / 内标元素强度 × 100 需要使用内标法定量的情况：（1）当样品存在物理干扰，比如样品粘度较大或盐分含量很高时，会导致样品导入量与标样导入量不一致从而使得结果产生偏差；（2）测定高含量元素时，样品通常需要多倍稀释后进样；（3）仪器或外界环境的一点点波动，会对结果产生很大的误差，用内标法可消除此类误差。

I3/Q15. 样品的基体跟标样的基体不匹配测定结果会怎么样，如何解决？

I3/A15. 轮廓图会有以下几种情况，其中当基体不匹配时会出现第二、第三种情况，基体不匹配会有基体干扰，导致测定结果不准，解决的办法是做背景校正，基体匹配或使用标准加入法进行测量。



I3/Q14. 样品前处理过程中有用到 HF 酸，能否直接进样？

I3/A14. 即使样品溶液中氢氟酸含量很低也不主张直接进样, 因为多多少少都会对进样系统造成腐蚀, 缩短部件的使用寿命同时造成灵敏度降低; 在前处理的过程中应该加入高氯酸充分赶酸或者加入硼酸络合, 硼酸的加入量大概是氢氟酸的 6 倍左右, 然后再上机测试, 否则应该使用氢氟酸进样系统。

I3/Q13. ICP 仪器开机后, 以前做过的标准曲线还可以继续使用吗?

I3/A13. 一般要求是每次开机都要重新做标准曲线, 如果定量结果要求不严可以用某一个浓度的标准液进行验证, 若测试误差在允许的范围之内, 则可以不重做曲线。

I3/Q12. ICP 在测定低含量的杂质时不同分析线有不同的结果, 为什么?

I3/A12. 具有两条或两条以上分析线的元素, 虽然他们峰形以及背景很好测试结果出现差异是很正常的, 因为他们的灵敏度不一样, 同时也有可能是存在光谱干扰或电离干扰; 回收率好并不能代表方法就可靠, 比如光谱分析中, 如果有谱线干扰, 它的回收也一样可以做得好。

I3/Q11. 用 ICP 检测食品中低含量砷时, 谱线受基体干扰很严重?

I3/A11. 建议使用附件氢化物发生器测定。

I3/Q10. 如何分析测定在 99.9 以上高纯金属样品的主成分?

I3/A10. 高纯样品主成分是难以定量的, 可以通过对其杂质元素进行测定然后来定其纯度; 首先使用 99.999% 以上高纯物 (液体) 进样, 然后将样品 (前处理后) 进行进样, 两个谱图叠加确认所含杂质元素, 最后基体匹配法或者标准加入法进行测定。

I3/Q9. ICP 的线性范围很宽, 那么我配 0.01ppm、0.1ppm、1ppm、50ppm 可以吗, 这样高低浓度都可以测了?

I3/A9. 一般来说, 对于低浓度的样品曲线应该配成低浓度范围的来测, 比如 0ppm、0.02ppm、0.05ppm、0.1ppm; 对于高浓度的样品应配成高浓度范围如 0ppm、10ppm、20ppm、50ppm; 如果标线高低标浓度倍数太低, 对于低浓度样品是测不准的, 如果一定要这样做, 那么建议配成如: 0ppm、0.02ppm、0.05ppm、0.1ppm、1ppm、10ppm、20ppm、50ppm, 然后对于高低含量的元素定量时在曲线中选择相应的 [Weight] ([权重]) 进行重新计算。

I3/Q8. ICP 对于基体和酸度有什么要求?

I3/A8. 基体引起的信号强度小于待测元素信号强度的 1% 时, 一般不必列为干扰; 仪器所能承受的基体浓度与其炬管、雾化器型号相关, 盐

份含量通常小于 5g/L 为好，否则要做基体匹配或干扰扣除；至于酸的浓度，尽可能与标准一致，通常为 <20% 的硝酸、盐酸，尽可能少用硫酸、高氯酸、H₃PO₄。

I3/Q7. 高含量的样品分析时如何才能尽可能地减小误差？

I3/A7. (1) 试样稀释时最大不要超过 2000 倍； (2) 对样品进行逐级稀释； (3) 减少称样量（使用十万分之一天平）； (4) 使用纵向观测方式测量； (5) 采用高盐炬管防止炬管堵塞； (6) 采用内标法测量； (7) 选择次灵敏线做为分析线； (8) 保证进样系统干净，提高样品测定的精密度。

I3/Q6. ICP-9000 测如 Mn、Be、Ba 等元素容易饱和强度溢出？

I3/A6. 该类元素在 ICP 分析中响应值会比其他元素强，所以浓度稍为高点就容易饱和，解决办法如下： (1) 降低标准溶液浓度，样品稀释后再测； (2) 采用次灵敏线做为分析线； (3) 如果同时需要分析其他元素，针对上述几个元素可以单独使用“条件 2”进行分析，设定条件为：灵敏度选“低”，曝光时间选“5s”； (4) 使用纵向观测：需要配备纵向观测模式。

I3/Q5. 标准曲线线性不好的可能原因有哪些？

I3/A5. (1) 标准溶液不纯：不纯的单标配成混标之后会对其它元素产生干扰； (2) 标准溶液失效：放置时间太长； (3) 进样系统污染：测定纯水空白，检查进样系统是否干净； (4) 玻璃器皿污染：配制标准溶液的器皿有污染； (5) 水有污染； (6) 标准曲线溶液高点浓度太高，导致仪器检测信号溢出，使曲线弯曲； (7) 曲线上各点的酸度不匹配； (8) 标准溶液的含盐量相差较大，导致样品提升率、雾化效率、激发效率等不一致。

I3/Q4. 试剂酸度对 ICP-AES 法的干扰效应主要表现在哪些方面？

I3/A4. (1) 提升率及其中元素的谱线强度均低于水溶液； (2) 随着酸度增加，谱线强度显著降低； (3) 各种无机酸的影响并不相同，按下列顺序递增：HCl、HNO₃、HClO₄、H₃PO₄、H₂SO₄； (4) 谱线强度的变化与提升率的变化成正比例，所以样品液的酸度需跟标准溶液的一致。

I3/Q3. 如何抑制或消除电离干扰？

I3/A3. 原子在等离子体的蒸气中电离而产生的干扰，它使分析元素的中性原子数减少，因而降低分析信号；在标准和分析试样中加入过量的

易电离元素，使等离子体中的自由电子浓度稳定在相当高的水平上，从而抑制或消除分析元素的电离。由于温度愈高，电离度愈大，因此降低温度也可减少电离干扰；使用标准加入法或选择没有电离干扰的分析线也可以消除一定程度的电离干扰。

I3/Q2. 影响等离子体温度的因素有哪些？

I3/A2. (1) 载气流量：流量增大，中心部位温度下降； (2) 载气的压力：激发温度随载气压力的降低而增加； (3) 频率和输入功率：激发温度随功率增大而增高，近似线性关系，在其他条件相同时，增加频率，放电温度降低； (4) 第三因素的影响：引入低电离电位的释放剂的等离子体，电子温度将增加。 (5) 高盐样品会产生激发干扰，改变等离子体成分，影响等离子体温度。

I3/Q1. 影响测量的重复性有哪些？

I3/A1. (1) 氩气压力不稳定：查看仪器监控状态栏中的“氩气气压”是否一直在变大或变小或者跳动很大； (2) 光室温度不稳定：查看仪器监控状态栏中的“分光器温度”是否稳定在 38 ± 1 范围之内； (3) 取样管、雾化器、炬管是否有堵塞； (4) 进样系统部件（包括雾室、连接管、炬管）是否干净：建议每次使用后都要及时取下清洗，然后用稀王水溶液浸泡 24 小时； (5) 采样锥是否干净：采样锥使用过一段时间后取下清洗； (6) 等离子体不稳定； (7) 样品清洗时间短，有记忆效应； (8) 样品积分时间短； (9) 废液管末端插进液面之下。

I2/Q9. 真空泵的泵油、分子筛和冷却循环水多久换一次？

I2/A9. 泵油大概一年换一次，分子筛大概每半年更换一次，分子筛通过处理后可以再使用 2-3 次，冷却循环水最好一个月换一次，如果看到有悬浮物应立即更换。

I2/Q8. ICP 主机关机时用不用关主机电源、真空泵、氩气、冷却循环水？

I2/A8. 如果仪器每天都用，则只要把氩气和冷却水关掉即可，如果长期不用可以都关掉。

I2/Q7. 光室温度不稳，可能是什么原因？

I2/A7. 外部环境温度有没有产生较大的变化？空调的出风口或窗口是否正对着仪器吹。

I2/Q6. ICPE-9000 如何确定仪器的灵敏度及稳定性？

I2/A6. 配制 5ppm 的磷和铅的混合标样，按以下标准进行测定和判断。

元素	波长 (nm)	浓度 (ppb)
----	---------	----------

Pb	178.3	BalnK、5000
P	220.3	BalnK、5000

分析条件: Mini 矩管测定参数; 灵敏度: 高; 积分时间: 30s; 测定次数 5 次; 轴向观测, 测定完成标准曲线后, 不扣背景的情况下观察标准曲线的 d 值, $BEC=| -d|$ 。

元素	BEC	3 σ	RSD%
P	≤ 2000	≤ 60	≤ 1.5
Pb	≤ 400	≤ 3	≤ 1.2

I2/Q5. 波长校正多长时间做一次, 波长校正不通过是什么原因?

I2/A5. 严格来说应该是每次点火后待仪器稳定后做一次波长校正, 一般每天开机后做一次就可以了, 如果轮廓峰尖偏得比较大可以再次做一下波长校正。波长校正后 ICPS-7510 的 S 值应小于 50, ICPS-8100 的 S 值应小于 0.005, ICPE-9000, 检查 [status] 和 [Judge Value] status 列应显示 normal, Judge value 应小于 2, 但根据测定条件不同, 可能无法正常检测某些波长, 只要能正常测定 10 条以上的波长, 仪器校准即可通过。如果发现波长校正不通过, 请确认仪器真空度是否达标, 然后更换新的超纯水再重新校正, 如果还不通过, 请检查雾化器和炬管是否有堵塞, 然后对整个进样系统进行清洗, 确认矩管与冷锥是否同心, 检查冷却套里的反射镜是否脏了、腐蚀或有刮痕。

I2/Q4. 雾化器堵塞的原因及处理办法?

I2/A4. 雾化器堵塞可能有 2 个原因: (1) 由高含量样品中的盐类在雾化器的环状气流通道的形成盐分结晶引起, 这种堵塞会引起样品信号减小; 针对此种堵塞可以利用 3%-5% 的王水溶液在线清洗几分钟, 因此建议在使用同心雾化器开始和结束的时候利用酸空白和去离子水对雾化器冲洗几分钟。(2) 可能是悬浮固体堵塞在雾化器中心的毛细管 (0.3mm 直径) 中, 针对此种堵塞的疏通方法有: 1) 将雾化器拆下, 吸样管放置于纯水中, 点击仪器监控状态栏中的“仪器控制”, 把载气打开, 并把流量调到 0.5L/min, 如果雾化器不喷雾, 按住雾化器喷嘴让载气反吹至吸样管端在纯水中吹气泡, 如此反复数次; 2) 采用一根较硬的头发丝从雾化器的出口处小心伸进去, 将颗粒物反捅出去。切忌采用金属丝或洗涤用毛刷丝或塑料丝等。

I2/Q3. 仪器真空度降不下来?

I2/A3. 更换真空泵分子筛, 如果真空泵分子筛更换后真空度仍然降不下来, 请更换光室中的分子筛, 更换光室分子筛时, 注意要在光室的密封圈上涂上一层薄薄的硅脂, 否则密封性不好容易漏气。如果仪器长时间不用容易造成真空室漏气、密封不严。

I2/Q2. 等离子体点着火一段时间后会自动熄灭是什么原因？

I2/A2. (1) 抽风没开或抽风机的排风量不足：此时仪器状态监控栏的“激发台温度”背景变红； (2) 漏气：重新安装进样系统； (3) 进样管较长时间未吸液：仪器显示“样品注入错误”； (4) 雾化器或炬管堵塞：仪器显示“样品注入错误”； (5) 氩气不足：仪器显示“气体压力不足”。

I2/Q1. 等离子体点不着火？

I2/A1. (1) 刚换氩气：气体管路中有空气会导致点不着火，点击“仪器控制”按钮，把“气体流量”控制打开，把等离子体气流量设为 10L/min，再点击“应用”让其吹气几分钟后再尝试重新点火； (2) 氩气不纯：点火时如果能看到火星，说明氩气纯度不够，更换纯度更高的氩气（使用 HVG-1 时，最好三根管先放在纯水中，等点火成功之后再逐步放入各个试剂瓶中）； (3) 感应线圈与炬管不同心：检查感应线圈是否歪了，可以卸下炬管重新安装； (4) 冷却循环水未开或管路堵塞：此时仪器监控状态栏中的“冷却水”在点着火的瞬间背景成红色状态； (5) 高频发生器故障； (6) 等离子体箱未关严； (7) 通风未开：仪器显示“排风错误”； (8) 漏气：进样系统未装好，仪器显示“样品注入错误”； (9) 炬管中有残存的水：新清洗的炬管应烘干后再安装，以免管路中残留的水影响点火或气体通入； (10) 校平器中未注入水； (11) 雾化器堵塞，疏通雾化器的方法请参照 Q9，仪器显示“样品注入错误”。

I1/Q5. 测定条件的设定中，「灵敏度」有 3 种模式「宽量程(W)」、「高(H)」和「低(L)」，分别表示什么意思？

I1/A5. 测定低浓度样品时（信号强度小于 10,000），选择「高」；测定高浓度样品时（信号强度大于 10,000），选择「低」；测定浓度不明时，选择「宽量程」。「宽量程」即要用「高」和「低」两种方式测定，因此与只是「高」或只是「低」相比，需要 2 倍的测定时间。

I1/Q4. 定性结果出现“+”号表示什么意思？

I1/A4. 这是由于该半定量的结果是用最佳波长（仪器软件自动给出的最佳波长）来计算的，而在该波长下可能存在分光干扰。

I1/Q3. 定量结果出现“!”或“L”代表的是什么意思？

I1/A3. 出现“!”表示分析元素浓度太高，检测器信号溢出，应对样品进行稀释后再测或选择次灵敏线定量或者采用纵向观测模式分析；当背景强度跟峰信号强度比大于 10 时，结果会出现“L”，表示样品浓度很低

或者是由于存在比较严重的背景干扰，结果可能会有偏差，需要通过轮廓图查看判断结果的可靠性，软件给出结果为参考值。

I1/Q2. 选择最佳分析线的依据是什么？

I1/A2. 不管对高含量元素还是低含量元素而言，首先选择没有光谱干扰或光谱干扰较小的波长；其次，对高含量元素而言，要选择标准曲线线性好、RSD 值小的波长作为最佳分析谱线；对低含量元素而言，要选择 SB 值（信倍比）大、RSD 值小和标准曲线线性好的谱线作为最佳分析波长。

I1/Q1. ICP 为什么有标准曲线的漂移校正，如何做漂移校正？

I1A1. 在测定过程中，随着环境温度、仪器电子元件长时间工作、电压变化、气体压力改变等诸多因素都会使灵敏度发生漂移，因此如果样品测定量大时，每隔一定数量的样品（如每隔 20 个样品）做一次漂移校正。具体操作方法：在“登记校正样品”对话框中点击“漂移校正”，再点击“从标准曲线中自动登记”，此时在登记样品的对话框的“自动插入样品”中会自动生成“DC1 DC2”两行，点击确定之后，在分析测定的工作表中在初始状态下是看不到用于做漂移校正的两行的，但当测到指定的样品数量后会在表中自动插入。

