

## ICP 百问解答

一、用 ICP 中的两条谱线测汞，得到的结果相差很远，194 测定的结果为 0.9ppm，而 253 的测定结果则为 10PPM，不知道怎么会这样？

1. 先查一下有什么共存元素，194.23nm, V 干扰；253.65nm, Fe 干扰。
  2. 仪器上一般有提示吧。如果是全谱直读的多换几条线好了。
  3. 这与样品的基体，其它的分析条件是不是都是两条谱线的最佳条件都会关系。此外 194 线易被空气吸收，所以要具较好的真空或充氦等条件。
  4. 用 icp 测汞结果不好，用测汞仪好
  5. ICP 测定 Hg 最好用 184 和 194nm, 184 谱线需要驱除整个光路的空气，194 没有关系，他们是 Hg 元素的灵敏线。253nm 是 Hg 灯的强线（Hg 灯不能发射远紫外谱线）。结果的误差可能与 253 线的灵敏度不够有关，有 4 可能是 Hg 灯的光干扰引起。
- 测定 Hg 元素时要充分重视 Hg 的残留效应，因此建议你用尽量低浓度的高标（如 0.1ppm），考虑用 20%HNO<sub>3</sub> 来清洗。同时注意谱线位置正确。

二、谁有好的方法处理矩管上和垢？

用浓硫酸浸泡并在电炉上加热冒烟半小时

三、法国 Jobin Yvon Division 公司的 JY38ICP 光谱仪。开主机电源时，R.F.OFF 灯应该亮的未亮，按下开关 R.F.ON，也无反应。调节旋钮 PUISSANCE 和 ICP IGNITE, 功率表的指针无变化，无法点火。不知是什么原因？

- 1.1, 可能是 P1 上的电子点火接头掉了. 也可能门, 气, 水保护.
- 1.2, 发生器部分损坏. 麻烦大了
2. 不会是保险丝坏了吧

四、本人在研究用 ICP-AES 测定催化剂中钙含量时发现钙（315 317nm）的绝对强度有不断增强的趋势，工作曲线斜率（灵敏度）变化较大，但标样（5 点）线性保持良好，经反复实验同一样液中钙的绝对强度随仪器灵敏度的变化也发生相应的变化，但与标样变化差异较大，导致测定结果离散性较大，但同步测定的其他元素如铁、镍、钒离散性却较小。百思不得其解

1. 请观察一下：开机时的 Ar 气钢瓶出口压力以及测定发生问题时的出口压力。我想你会得到答案的。
2. Ca 谱线受载气流量影响较大
3. Ca 的 315 和 317nm 谱线受 RF 发生器的影响较其他元素灵敏，强度的不断升高的原因是 RF 发生器随仪器发热而 RF 功率的升高（特别在以空气冷却功率管的仪器），建议你保证实验室温度的稳定、点燃 Plasma30 分钟后再做标准化。另外，ICP 分析无需 5 点标准，2 点足够，因为 ICP-AES 具有较好的线性。
4. 两点标准都多了, 能扫出谱线图一点就行

五、ICP-AES 测土壤样品中的 Hg、As 的准确度如何，前处理是怎样的？

1. As 检出限很不错，但汞不是很好。要测汞，最好用微波消解。一般土壤比较难消，要先用硝酸预消，然后用加几滴高氯酸消。
2. ICP-AES 测土壤样品中的 Hg、As: 我认为是不可能的，除了该土壤已遭到严重污染！因

为在 ICP-AES 中的仪器检出限在 2-5ppb, 方法检出限起码在 10-20ppb, 而土壤样品在前处理时的稀释倍数在 100 倍左右, 同时土壤样品中的大量 Al 对 As193nm 会产生干扰, Hg、As 在前处理时又容易损失。。。因此这种方法是不合适的。

3. 用 ICP-AES 测定土壤样品里的 As,Hg 可以用氢化物发生器进样同时测定, 如果样品中的含量太低的话可以适当增加取样量。

#### 六、磁性材料氧化铁中硅测定的样品处理?

1. 试试用氢氧化钠溶解
2. 可以试着用王水浸泡过夜! 然后, 煮约剩 10ml 加 hf2ml 溶解。用 hclo4 赶 hf
3. 用王水, 加热至溶解完全, 近干, 冷却, 在用适当的酸溶解, 定容。
4. 我的处理是先用浓 HCL 在电炉上微沸直到基本溶解完全(有少量残渣)过滤后连同滤纸一起灰化后加进口分装 NAOH 在 600 度灼烧后与前面的溶液一起混合后进样分析

#### 七、分析纯铜\纯银\纯金,4 个 9 左右,用 ICP 光谱可能不行,用 ICPMS 存在 Pb\As 的干扰,用火法灵敏度不够,用直流电弧灵敏度能保证,但 S/P 又做不了,请大家提供一套最佳方案.

1. ICPMS 中 Pb 和 As 的干扰主要是试剂中的,ICP 光谱高标打底好象做的勉强,有些元素不好做,可能直流电弧最合适,但 S/P 的问题又不好解决.
2. 是 CID 的火花,4 个 9 的纯铜没问题,但金银不成,用 CID 做的直流电弧没大问题,但波长从 180 开始的,S/P 就麻烦了
3. 真正高纯物质的分析需要采用 GD-MS, 固体直接进样, 可以做 O, S, P, C 等, 元素检测限度在 100PPT, ICP-MS 只是一种暂时的替代方法, 国际上的 6N, 7N 样品均采用 GD-MS 做分析。

#### 八、我用的是他激式 ICP-AES, 但是现在有一个问题。用氨水介质测量时, 栅流上长; 不用时没有这个问题。

板流增加, 很恐怖的。耦合效率在下降, 看看如射和反射功率表。是整个系统的匹配有点问题(包括气路和炬管, 试样等, 排除法)

#### 九、为什么用消化罐消解植物时会出现絮状沉淀? 有没有什么办法帮忙消解完全啊? 对了, 最好是用消化罐的。以前我加的是硝酸, 双氧水和水, 时间不超过 4 小时, 时间不够还是其他问题希望大家能指出来哦! 样品是各种蔬菜, 比如黄瓜萝卜和青菜, 是不是消化时要把皮去掉?

我的建议是生物质可能含硅, 所以可以考虑加 0.4mL 左右的氢氟酸, 水暂时不加。180 度 4 小时后, 再加水, 加硼酸。再 1 小时。加水仅仅不失盐析出(生物质含氯高) 不加氟的话最好提高温度道 200 度, 时间还要延长。

#### 十、我使用的 TJA IRIS Advantage 光谱仪 出现点不着火, 炬管雾室连接正常

1. 换瓶氩气试试我觉得是水的关系(氩气不纯, 水太多)
2. 检查泵夹是否夹紧  
风机压力是否符合仪器要求  
检查冷却水包括流量(看是否堵塞)等等  
仪器有七项连锁保护 一 风压保护  
二 冷却水保护 三 门开关保护 四 高压连锁开关 五 RF BOX 开关 六 过载保护开关 六 氩气压力小于 45psi 等 都可能点不着火

十一、我在进样的时候，因为浓度太高，所以雾化器老是堵，现在工程师说可以先过滤一下再进样，我试了以后，发现结果中的 **Ca, Na** 浓度变大有影响，不知哪位可以指点一下，是否是滤纸的影响呢？

1. 用高盐雾化器试试。
2. 一般过滤选择中速的，(如果式样如果的颗粒比较大，过滤损失也可能有吧)你做的 **na ca** 注意其他引入。建议用 2 次水进行溶解。式样用高纯算处理，如果没有。那就要小心背景的问题。
3. **Ca,Na** 是极其容易沾污的元素，最好不要用滤纸！合金元素的话过滤一下也无妨，但最好还是不要过滤的好，我就从来都不过滤的。高盐进样器是个不错的选择，但你就不能吧溶液稀释一下吗？**Ca,Na** 的灵敏度那么高，怕什么啊！沾污了才麻烦呢

十二、**ICP** 进样毛细管用一段时间之后就会出现一些看起来像白色的脏东西，请问为什么呢？怎么才能洗干净呢？

泵入热的洗涤灵水，时间长点即可。不过要注意把毛细管连接雾化器的地方松开，直接排到废液。

十三、如何作有机样品中的元素？

1. 消解，注意不要爆炸呀！
- 2、直接进样 分析，一般为垂直火炬，特殊雾化器雾化室，火炬会有半米长，蓝蓝的，很好看的。

十四、如何作高盐溶液的分析？

1. 比如说降低观测高度；有的用超声波雾化器有的用一些特殊方法
2. 用高盐雾化器，稀释，去基体，富集什么的，如果要分析，总有办法的。
3. 用 **ICP** 分析高盐溶液的样品最好用波长扫描型的，这样可较准备进行干扰扣除，**ICP** 分析高盐溶液，需要选择合适的雾化器和炬管，每次分析结束需要进行长时间的冲洗，以免影响下次其它微量元素的测定。如果分析高盐溶液中微量元素，可要当心：样品中的主体元素即使灵敏度很差的发射线都可能干扰被测元素，而且很难扣除。这点可以用 **AAS** 和 **ICP** 同时分析来判定，两者结果会有较大的差异。

十五、什么是尾焰？它对分析有什么样的影响？

1. 水平观测的才有尾焰问题，主要是尾焰温度较低，会产生自吸收，导致测量偏差加大。
2. 尾焰消除的种类分几种：空气刀，冷锥，加长炬管等

十六、分析液体石蜡中 **Fe、S** 两元素，该如何消解样品？

不是消解而是用有机溶剂溶解后测定。

十七、作铅，作完标准曲线后，测定样品中的铅是标准值的上百倍。是不是基体效应？

1. 可以试一下单独测定基体中 **Pb** 的强度.可能是在 **Pb** 谱线那里很强的干扰!
2. 我个人认为是基体增强效应。

十八、有没有人知道关于 **ICP** 测试的元素谱图中，半峰高和仪器的什么指标相关，是灵敏度还是什么

1. 光学分辨率。
2. 我搞明白了，是分辨率的。

### 十九、如何作植物样品中的微量元素？

做过一次植物样品中的 B、Mo，需要先风干、粉碎、消解然后直接进样。

### 二十、有机样我指的是表面活性剂 可以溶于水的样品 而且都是 C H O N 组成 请各位老师给点建议

首先看你用的是谁家的仪器，另外是水平火炬还是垂直火炬，一般垂直火炬好做，买一套有机进样系统，再买一套有机金属标准就可以不消解直接进样测量了

### 二十一、今天开机后，蠕动泵开了快泵，我就离开了。过了一会，我回来看时，发现从炬管到雾化室都是水，还好没点火。我立刻清理，但是我估计雾化室到炬管之间的气路里可能也有水，这怎么办呢！

1. 这种原因是你长时间快速转动蠕动泵的原因，一般是不需要很长时间的。气路有水也好办，把冷却、辅助、雾化气开着吹一会。
2. 我通过调辅助气和等离子气高吹，还真把水吹出来了。

### 二十二、小弟刚刚接触 icp-aes,遇到很多的问题，我在一家钢铁公司工作，所以接触的大都是钢铁样品，在测试中遇到两个棘手的问题：

1、钢铁中的 Si 测定中，由于我们只买了一个微波消解器，并且 ICP 的进样系统是玻璃的，所以在容样过程中不敢使用 HF，但是看到有的资料中说可以用硼酸趋赶 F 离子，不知道这样方法适合我们这个系统不，要是可以的话硼酸和 F 的反应比例是多少了，趋赶后会对仪器有影响吗？或者是不是有其他的容样的方法？

2、钢铁中的 p 应该选用那条谱线呢？有一条 178 的但是作不出来，有一条 213 的有 Cu 干扰的很厉害，大虾是不是还有什么好的方法吗？

1.1、也有文献报道，少量硅可以使用王水溶解。或使用硼酸驱赶 F 离子。赶掉 F 离子后，不会对仪器有什么影响的。

1.2、P 的 213 的确和 Cu 有较大的干扰，你可以采取去掉一个背景点试试。178 应该也是可以测定的。

做合金试样，标准是个问题。否则需要打底。

2. F 一定要去干净，不然即使很少两的也会对石英进样系统有破坏。

3. 回答你第二个问题：中间还会有背景点吗？如果背景点出在中间，那就不是背景了，应该就是积分区间了。我的意思是只用一个背景点。

### 二十三、请教各位能否用 ICP 测油墨中的铅（ppm 级）

1. 当然没问题了你把样品先碳化再灼烧用硝酸浸取就得了
2. 把油墨用有机溶液稀释，然后利用有机标准直接测量。测量到 PPB 级别应该没有问题。
3. 如果作总铅，干法灰化应该就行，方法可以参照涂料总铅。（油墨和涂料这两种东西差别不是很大）
4. 先把有机部分干法灰化，在用酸处理，结果还行，我做过。

### 二十四、不知道一次溶样，可以测定土壤中多少个元素？

1. 我们这一次做无公害转换,平均每天做 80 个样,只有三个人,共做 5 个元素,所以我们综合考虑决定不用 HF 消解,我们采用的方法是:

取 0.5 克样品,加少许蒸馏水,加入 10ml 硝酸,在电热板上煮沸 20min,加入 20ml 盐酸,盖上小漏斗,在电热板上加热 2 小时,保持王水处于明显的微沸状态.移去小漏斗,赶掉全部酸液至湿盐状态.注意不要出现糊底现象.冷却,加入 50ml 蒸馏水摇匀,过滤,待测.

上 ICP,我们测砷,铬,铅,铜,锌.5 个元素,锌我们没有要求测,但我们摸方法时加了这个元素.5 个项目的国标样做都都不错.

还有,我们用的土壤标样做的标准系列.

### 2. 王水回流水解土壤样品的实验步骤（参考 ISO11466）

一、三角瓶的预处理：100ml 锥形瓶中加入 15ml 王水加粒小玻璃珠，盖上干净表面皿在电热板上加热至明显微沸，让王水蒸汽浸润整个锥形瓶内壁约半小时。冷却，用纯水洗净锥形瓶待用。

二、消解步骤。同我发的上贴。

若浑浊，可采用过滤或静置后取上清液测定。

二十五、请问高手,我的谱线有漂移,于是我重新拍照,却发现如 Si 的 212.412(158)找不到,旁边只有 212.384(185),重新配了单标溶液仍然如此,又汞灯校正了\改变了暴光时间也没用,Cu327.396(102)也找不到,旁边只有 327.441(102),用旁边的谱线校了后谱线仍然偏,请问为

## 什么,怎么解决?

你不要担心,你可见找不到,到紫外找,有的时候你的浓度太小,没有激发出来白点,就你的问题。我想你给大点浓度,拍可见和紫外同时找,CU 3247 比较好。SI 2516 当然对高含量你最好用次灵敏线或者把浓度边小。要不强线数据不好的。

## 二十六、熄火后再点,点不着,请问是什么原因?

1. 是不是进样管爆露在空气中了?雾化室进了空气就会熄火.
2. 可能是点火电压不够,也可能是电极有氧化等等
- 3.我告诉你一个方法吧

点火下面的中间有个感应数字 开始的时候是 03-04 当点火响地一下的时候他会跳到 30 左右。再一次响的时候就到 200 在不停的打火的时候会到 400-800 之间,如果你的 200 都正常。那就说明你的光路一点问题都没有  
你要看的就是你的氩气压力,漏气。雾室有水雾吗。点火器是不是不在中间,雾化室漏气。雾化器堵了等。一般 3 次没有点好你就要去看看是不是这些出了问题

至于你说的点后又熄了

- 1 氩气压力不够 或漏气
- 2 中心管堵了
- 3 漏气雾化室
- 4 雾化室有水或湿度大

PING 你的那个问题,是不是有个红手出来啊,点几次就好了,出现这个问题一般是你没有按程序一不不的来,不行就硬服位,一般就可以再点火的,这个一般是软件问题,

4. 看看你的抽风压力够不够,另一个就是看看你的炬管是不是太脏了,要清洗,如果是点着了后熄灭了,那有可能是那里漏气,出现你说的问题,你是不是将雾化气点着后设为 0 了,可将那参数改为一个数就行了

## 二十七、我是做钢包除渣剂中的 K, Na,

其中各个元素的范围如下:

**CaO:>70%**

**MgO:1.5-5.0%**

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:3.5-5.0%**

**SiO<sub>2</sub>:5.0%**

**K<sub>2</sub>O+Na<sub>2</sub>O:0.3%**

请问大家，用标液合成的话有些元素（如 Si）是用碱（四硼酸钠+无水碳酸钠）熔的，对 Na 有干扰；用标样的话该选些什么标样？

1. 不知道你 Si 是不是测 K 的时候用 Na 盐 测 Na 的时候用 K 盐。这样就是多做一次，问题就解决可
2. 我说的是可以同时测硅的意思。如果你不测硅。那加 HF 最简单，不过你最好加 HClO<sub>4</sub> 出去 HF。

## 二十八、ICP-OES 的精密度方程是什么？

精密度常用分析结果的相对标准偏差表示

分析结果的相对标准偏差= $\sqrt{[(\text{净分析信号})^2 + (1/\text{置信因子}) * (\text{检出限}/\text{分析物浓度})^2]} / (\text{净分析信号})$

## 二十九、如何对光学系统维护和保养？

1. 南方控制湿度，防止长霉毛；北方控制风沙，防止硬伤。防止磨损，有的有膜不可以用有机溶剂清洗。防水，还有防耗子
2. 控制湿度和风沙
3. 还有仪器本身的密封性能，特别是这些关键部件
4. 我认为大型仪器要专用屋子，要有空调，空气过滤，进出要换鞋，常常打扫，关键要常用，并且使用者要认真负责。

## 三十、做阳极泥中 Au,Ag,Cu,As,Se,Bi,Pb,Te,Sb 等十多中元素的的分析，如何溶样。

1. 碱熔
2. 我看这好象是在做纯锡中的杂质金属含量一样,用王水可以溶样,定容用 1:1 的浓盐酸
3. 你的 Au 和 Ag 可以用王水溶是不成问题的；你的 As 和 Se 用 1: 1 的王水在沸水浴上溶也不成问题

### 三十一、请问色粉如何处理，测定其里面的 Pb Cd?

我们的经验是：称取 1 克，马弗炉 500 度高温 5 分钟，然后 10ml 盐酸溶解，定容到 50ml 后，AAS 分析。

不过，有的样品没法做，你需要和供应商联系，获知他的成分后再确定前处理方法。

### 三十二、有用 ICP-OES 测定矿物中锆和铪的吗？

1. 我听 621 的说用碱熔法做的 Zr，效果不错。
2. 我用的是过氧化钠
3. 碳酸钠硼酸混合熔剂熔融，酸浸取后，分液测定锆。没问题。

### 三十三、汞的残留效应？有什么解决方法吗？

可以在水里加点酸

### 三十四、岩石样品都要用 HF-HCl4 溶样吗？？还因分元素不同而异？？

1. 如果测定 Si 的话，当然不一样啰！！不同检测项目有差别的！
2. 如果你要作 K、Na、Li 最好是 HF+硫酸

### 三十五、谱线强度不能超过多少？

通过仪器的实际检出限及线性范围这两个参数,我们可估算出该元素浓度的上下限,也即谱线的强度范围.在实际操作中,我们可根据标样做出标准曲线,然后配制估算出的上限浓度(已知),若测得的结果与配制的相符,说明在该浓度下已偏离线性,此时可逐步减小配制的浓度,若测得的结果与所配的相符,则此时,所对应的浓度即为该元素的上限浓度,所对应的谱线强度也即是在线性范围内该元素的最大强度.

当然了,我们在给出最大谱线强度时,必须指出此时的射频功率,雾化气流量等参数及仪器的型号,我想即使找到出处,那也是在一定的仪器参数下测的.

### 三十六、用 ICP-OES 作水质样品中微量元素的前处理方法？

个人认为是应当浓缩十倍，具体作法取水样 200ml，加入优级纯浓盐酸 20ml，于水浴上加热至只剩 1ml，之后移入 10ml 试管中，用去离子水稀释刻度待测。



### 三十七、为什么 ICP-AES 法分析时一般不用硫酸？

1. 硫酸溶液的雾化效率低，并难于冲洗，ICP 也不完全反对用他，但最好少用，我个人认为，硫酸溶铅不合适
2. 不论 AAS 还是 ICP，按下列顺序酸的基体效应依次增大， $\text{HCl} < \text{HClO}_4 < \text{H}_3\text{PO}_4 < \text{HNO}_3 < \text{H}_2\text{SO}_4$

除上述原因外，硫酸对雾化效率也不好

3. icp 法一般是不用硫酸，但如果在设定条件下，比如硫酸最终浓度很低（被稀释），而且有数据表明其结果有效（回收率好，重复性好），那么还是可以考虑的。对于硫酸溶样测定 Pb，负责该课题的同志说是因为 Pb 含量很低，不会形成  $\text{PbSO}_4$ 。而且也做了回收率等。就是不知道数据的可靠性如何。还是要自己验证其可行性。

### 三十八、请问各位高手测硅有什么心得吗？测硅时应该注意哪些问题呢？我测的是金硅(硅含量为 2%)金硅锑(硅含量为 0.2%)数据总是不稳定,忽高忽低的.我处理样品采用的是王水溶解,冷却一会加 HF 溶解硅.

1. 你最好用偏硼酸锂熔后，王水溶解盐类后测定。你用氢氟酸溶硅是不对的，因为氢氟酸和硅反应生成的四氟化硅是挥发的，所以造成了你所说的结果。
2. 晕。你先看下书，把可以用王水溶的到那不。还有的不容的。如果不是影响你要测的元素。可以溶解不完全，你要是怕的话，就加高氯酸发烟或加双氧水吧。如果酸不溶。你就用碱吧。再发烟。我想问题没有那么大。用 HF 酸要与 Si 反应的。那肯定不行的。还不行就微波消解吧。注意不要有水和体积过大，怕爆炸。
3. 最简单的用氢氧化钠，高温溶解，称样于银坩锅中，加入氢氧化钠混匀，于高温炉中从低温加热到 650 度，十五分钟后，取出冷却，提取。

### 三十九、我有一个样品 $\text{KMnO}_4$ 需测试中的 22 种元素,如下:

**Al,Ag,Ba,Cr,Sb,As,Be,Cd,Co,Cu,Pb,Li,Hg,Ni,Sr,Tl,V,B,Fe,Mo,Se,Zn**

请教各位大侠如何进行溶样,如何选定仪器参数,如何进行定量测试,标液如何配制?

1. 分离基体试试
2. 你可以采用别的方法，如加内标或者是标准加入法进行测定啊，不一定非得用基体匹配

法啊。这就是我说分开来测的好处，有时可以将两种方法结合来用

3. 还是分开做好，我用的是 ICP-MS 有些元素或它的氧化物会对其它元素有干扰

**四十、对样品进行含 Hg 量测试，请教一下，在上 ICP 测试时，其标准液要如何配制呢？**

1. 用 HgCl<sub>2</sub>, 1% 的硝酸介质，自己计算
2. 0.1,0.3,0.5PPM 就行了,基体为 5%的硝酸,R 为 0.999 以上就行
3. 注意消解完成后要赶赶酸,不然你的工作曲线受基体干扰较大

**四十一、ICP 分析时背景信号强度会对分析测试有哪些影响？**

直接影响数据的可靠性、合理性、准确性。

**四十二、怎么对多道仪器进行校正？**

- 1.. 选择一个波长适中的元素，进行校正
2. 我看 VARIAN 的是配混标溶液较的

**四十三、我在做土壤当中 Be 的测定，但是，当铁含量高时，对结果影响很大，请指教？？？另外，高含量的怎么测定？**

1. 想办法把铁分离了，或者另选谱线，至于高含量的，你可根据样品含量的多少，配置适宜的标准浓度，选取发射谱线强度不要太高的分析线，这个主要还是要你自己根据谱图分析
2. 可以加内标测定

**四十四、我现在用 ICP-OES 测定一元素含量，现在的问题是：**

**1.仪器进样时总有气泡，这个气泡是在正常的空气之后还有的，所以测样时我总需要专注于进样管，尽量把气泡都弹跑。这样做大气泡还行，但那些比进样管还细小的气泡就不好对付了，不好弹走也不易发现。请问：这种情况对进样稳定性影响是否很大，对测样结果呢？**

**2.请问：ICP-OES 是否有最佳测样时间问题？有人说，此仪器在开机后两小时测样稳定，仪器不宜工作过长时间，时间过长测样数据容易漂，值易偏高。是否是这样呢？**

1.1 气泡是蠕动泵没调节好造成的，你漫漫调节你的蠕动本，有气泡说明你进样不均匀，对测定的精密度影响很大。

1.2. 多 ICP 确实需要预热 1.5-2 小时，这就看你的仪器是那中型号了，听说 PE 有的型号不用预热，至于长时间工作，个人认为没关系，因为现在的仪器都在测定过程中可以设定在隔多长时间进行波长校正，再者你还可以中途加入受控样

2. 个人看法：

1、建议你更换进样管，或者尝试快速进样看看能否把管内的气泡赶跑，仪器在采集信号的时候如果采集到空气那当然会影响结果了。

2、仪器当然会有一个稳定的过程，通常开机后半钟头都可以做样了。但有些仪器可能受环境影响比较大，稳定的时间要长一些，我用过 JY 的 ICP，开机后很快就可以做了。

3. 气泡的问题可能就是溶液中可能回产生气体，不是蠕动泵调节的问题

**四十五、有谁用“过氧化钠”熔融铬铁矿时用的是 Pt 坩埚？**

从 Pt 坩埚的使用规则来说用过氧化钠时温度不能超过摄氏 510~530 度，否则温度过高 Pt

坩埚也顶不住。

最近遇到一铬铁矿样品，要求做其中的 Al、Si、P、Mg、Fe，SN 标准中有一方法是用磷酸和硫酸+V2O5 作催化剂，用微波消解法溶解，但是 P 是没办法用 ICP 测了，如果用刚玉坩埚 Al 又没办法测了，所以想用 Pt 坩埚，可是心中没有底，郁闷地说。传统的化学方法无比繁琐

1. 你可以用银坩埚加氢氧化钠溶解
2. 也可以用偏硼酸锂溶解
3. 我给你个意见，你可以用石墨坩埚加氢氧化钠溶解。你可将测定后的溶液盐酸酸化后加入阳离子树脂来消除大量基体钠后测定。
4. 对于铬铁矿，应该使用碱性+氧化熔剂比较好。对于铂坩埚，可以使用碳酸钠+硼砂（2:1）熔融。温度 950，10 分钟。挺好溶的。偏硼酸锂也是不错的。

#### 四十六、要测岩石样品中的铌钽，用丹宁酸作共沉淀剂分离好不好？

我在实习时曾用聚醚酯泡沫及聚氨酯泡沫富集再洗脱的办法

#### 四十七、用 icp 检测原油中硅含量，样品如何处理较好？

1. 加温，使样品蒸发，然后测试。
2. 原油好像不是很容易蒸发。我认为要用干法。
3. 油样也可以用湿消解，但要求消解的技术比较娴熟。取样一定，加入硝酸后在电热板上 150 度左右加热，至油全部变黑，这时极有可能出现燃烧的现象，不用怕，让它烧，烧完有机质后就变成淡黄色清亮溶液了。如果变黑后立即取下，稍冷再加热，如此往复即可以防止燃烧，同样可以消解完全。
4. 重油中重金属分析，一般是经过灰化处理，再用 HNO<sub>3</sub> 溶解的。也不知适不适合硅的分析。

四十八、我是新手，很多弄不明白，一，怎样的程度算消解完全了，靠目测吗？二，赶酸怎样控制，经常我一赶又出现沉淀了；三，能用滤纸过吗，如果不能怎样才能达到进样要求呢。

- 1.1. 带标准物质都可以解决此问题，当然目测也可以帮你忙的
- 1.2 赶酸的程度有些需要经验，有的需要分析基体所含物质的性质，，还的考虑基体对测定的影响
- 1.3 滤纸过滤的问题，你可以通过加标回收实验来确定那些元素的测定不能用滤纸过滤
2. 分解砷汞时要注意一下温度，不能太高，否则会挥发损失的

#### 四十九、清洗管路时需要点火吗？要的话，要清洗多长时间？

1. 我个人是点火清洗管路的，如果不是的话，下次由于炬管有水汽点火会有困难的。我是清洗十分钟就可以了
2. 当然要点火啊，正常情况下我测试完用 5%的硝酸清洗，再用蒸馏水洗，测定开始前在等离子体稳定的时间继续用蒸馏水清晰，
3. 通常都要点火的，说明书要求清洗 30 分钟。不过我们都是洗 10 分钟左右

#### 五十、为什么用氩气作等离子气体，而不用其他的气体？

- 1 相对简单的发射光谱对发射光谱产生极少的干扰，

- 2 原子化的特性，电离或激活元素周期表上的大多数元素，
- 3 在氩和其它元素间缺乏稳定的化合物形式，
- 4 比其它稀有气体低的费用，因为是最可能得到的（占空气的 1%）
- 5 它的唯一的限制是它的低的相比之分子气体如氮气或氧气的导热率。

其它气体：由于是双原子分子，需要气体离解能量，很难在低功率下形成稳定的等离子体炬焰，点火困难，并且一定要在高功率下才能点火和维持等离子体。

#### 五十一、样品进完样后，用什么液清洗管路，5%盐酸？酸用优级纯配制吗？

1. 我用的是 10%的盐酸进行清洗，用不着优级的，分析的就可以了
2. 我的两台都是用 5%的硝酸清洗的，主要是考虑到我这里做有银的样品 我觉得也是不错的
3. 我的是耐 HF 的，用 15%的 HF 和 5%的硝酸。
4. 酸空白和去离子水对雾化器冲洗几分钟。这样可以确保样品在雾化器毛细管内沉积或者结晶
5. 用 1%的 HF 就可以，一分钟时间就够了，时间长的话，对雾化器有损
6. 我的操作维护手册上有，可用 2%的 HF 轻洗（不要长时间）脏拘管的，

五十二、按教科书所说，做方法的时候要选功率、气流量、观测高度等等条件。不过在实际工作的时候这几个条件几乎都是不变的--不管是做什么样？如功率基本上保持 1200W，至于观测高度和载气流量，安装工程师是叮嘱我们不要动的。请问大家做方法的时候有没有专门做这些条件的选择？

1. 说条件不变一般都是针对某一部分样品的，功率的选择与基体的物理性质，被测元素的性质都有关，比方说要测定高温难电离元素，功率就选大点
2. 此叁类参数是 ICP 分析的关键指标，如果选择不当，结果会较差。譬如：分析水基体与有机基体对 RF 功率要求就不一样，一般水溶液 1200W—1400W，有机样品 1400W—1600W；分析 Na 与分析 W 观测高度就不一样；雾化气流流速直接影响分析灵敏度等等。所以每个行业都有专家。一般做做简单，做好不容易

五十三、最近有些药样品要测定其中微量元素含量的,这两种元素的测定关键是样品的消解,反映温度要低,关于药品的测定,各位有没有什么好办法？

1. 你可以尝试用 HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 或 HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub> 来消解，如果消解不完全的话，可以尝试加点 HF 等，150 度以下硒应该没什么问题，碲最好不要超过 100 度
2. 其实中成药成分也很复杂的，你先做的看看消解效果怎么样，如果消解不完全的话，我建议你找找有关蜂蜜消解的资料，因为中成药里主成分还是这个东西
3. 可以用高氯酸加硝酸消解的，台果用 ICP-OES 作，最好加上氢化物发生器

五十四、昨天用 ICP 测 Ti,有四个波长可选,334.941,336.121,337.280,368.520. 很奇怪,334.941 就是选不上,出现信息"wavelength is not located on any subarray",其他三个可以用,试其他的元素也都可以,是不是 software 有问题? 要重装软件吗? 其实可用的三个波长对我的测试已经够了,我只是觉得奇怪,不知那位能指教,多谢.我用的是 PE Optima 3000.

1. 你先把你的波长校正一下，再选选看，至于选那条谱线要看看你样品里含量的高低了，含量低的选灵敏线，高的选次灵敏线或其他线

2. 以前可以选吗,你说的完全有可能,有时是属于程序连接问题,先把程序卸载了,装驱动程序,再装软件,看看怎么样
3. 你随便删掉其他三根中的一根,再选 334.941 看看
4. 原因是你的仪器检测器无法选择该线,因为 PE Optima 3000 是分段式 CCD,感光点不连续,在所选的谱线位置无对应感光点,但然不允许你选了。

五十五、我测的是中药中的一些元素,单位均为 ppm,现在测得的样品中的砷、汞基本上都是负值,同一个样品间隔约 10min 又测一次,其它元素, Pb,Cr,Cd 等均基本无变化,砷却从 0.163 变为-0.035,而这个 0.163 恰恰应该是前一个(空白+标准品)的数据。

1. 考虑溶液的酸度和定容容器,曾看到有些器皿对砷有吸附作用,你用的哪个厂家的 ICP,光路是真空的还是空气的,你不是说负的吗,怎么又是 0.163,你的 AS HG 标准是多少的,标准的谱线怎么样,尽量把标准配的接近样品含量附近
2. 你做好标准曲线后把标准当样品再测,看什么情况,如果符合的话,那机子检测的就没问题的,对了如果可能的话,你把你测定标准和样品的背景强度数据发上来,是不是背景影响的
3. 不行就重新开机重做一次,我想可能不会出现同样的问题,仪器分析首先要让仪器预热到稳定状态再测定样品!!

五十六、什么是背景等效浓度 BEC,数值是大好还是小好?

背景等效浓度,即背景强度相当与多大浓度产生的强度,当然小了好啊

五十七、测量方式中 BkGr dynamic 这种方式何时要用到?我查了一下是动态背景,一般在什么情况下要用这种测量方式。

动态背景在选用固定位置扣背景有干扰时使用。

五十八、linear 和 linear-thru-zero 和 Bracketing 的分别在哪?

1. linear 就是线性  
第二个是线性过原点  
Bracketing 字面理解是托架,具体的就不知了
2. 第一个就是线性方程,无所谓过不过原点,一般很少能过原点,第二个就是过原点的线性方程,第三个是定标实验
3. Bracketing 是指插入法,既只用样品浓度两边的标准点作校正线性计算.是取 Bracket"括弧"的意思。

五十九、为什么说水平炬管观测的尾焰干扰严重?

1. 因为燃烧产生氧化物,水平观测时间又长.观测范围广,干扰是必然的
2. 因为水平炬管观测可以检测到整个分析通道谱线发射,尾焰区的温度要比观测区的明显低,所以该区域的组成比较复杂,不象观测区主要是离子和原子,除此之外还有分子碎片和分子,同时背景辐射也比垂直观测的要严重,因此干扰严重。

六十、标准溶液放置在聚乙烯瓶中,瓶如何清洗,用什么浓度的酸泡?

1. 25%的硝酸泡 24 小时,25%盐酸泡 24 小时,蒸馏水洗三遍就可以了
2. 俺就用 50%硝酸浸泡一两天就可以了,没有这么麻烦.洗液 3 个月换一下
3. 如果痕量分析的话,20%酸泡并且超声波超声半天,再用 18 兆的纯水超声半天,最后纯

水冲洗 3 遍，如果是新瓶子，可以先用碱溶液浸泡半小时在超声。

六十一、中药水提取物样品消解后赶酸出现絮状沉淀，加热也不能溶解，再加硝酸也不溶，也不减少。消解是 0.5g 样品+5ml 硝酸+1ml 双氧水，消解得非常完全。

1. 用王水消解看看情况怎么样
2. 絮凝物就是含硅沉淀，对于消解硅含量高的生物质，很容易出现这个问题。最易的解决办法就是加 HF，如果要测硅，自然加入 HF 后要密闭消解。然后用硼酸络合氟。

六十二、我的 ICP 是热电公司的 IRIS Advantage,软件是升级前的 Thermo SPEC/CID v2.3.测定水中的 As,Cr,Cd,Pb.我发现处理数据时,在 subarray 图上做背景校正时,center width 选择不同的值,出来的结果相差很多。以 As 的结果为例,选择的谱线为 193.759,当 center width 选 2 时,两个样品测得浓度为 21.65ppm 和 16.43ppm,center width 选 3 时,两个样品测得浓度为 18.48ppm 和 13.85ppm。测铅,选择的谱线为 220.353{152},center width 选 1 时,两个样品测得浓度为 8.67ppm 和 12.64ppm;选 2,两个样品测得浓度为 11.35ppm 和 16.7ppm;选 3,两个样品测得浓度为 8.95ppm 和 13.08ppm;选 4,两个样品测得浓度为 9.86ppm 和 14.72ppm。

这次实验是参加 cnal 组织的能力验证,我提交的结果四个有两个为离群值,一个为有问题的结果,现在正急着找原因,整改。但我调出原来的数据,改变背景校正的参数(也就是 center width 值)后,所得的结果与结果通知单上给出的中位值十分接近。究竟应该如何选择背景宽度呢?而且宽度的取值怎么会会对结果造成这么大的影响,这正常吗?

1. 我不知道你的软件是如何具体的进行背景校正的,不论何种校正方式,尽量调整让样品和标准的背景强度大体相同,尽量选择傍边无干扰的分析线,按你说的错这么大的话你最好采用固定的一种校正方式,采用稀释样品用标准加入法来分析,我想结果会好点的,我估计你的标准和样品的基体成分肯定错的也很大的。
2. 一般考核样品数量不会很多,也就一个两个的样子,我倒是建议你可以多作几个样品,其中称样量有较大差别,如有 3 个称样量是 10 个单位,有 3 个称样量是 2 个单位,在上机检测的时候取用 10 个称样量的样品稀释检测到和 2 个称样量单位接近的程度检测,再作 10 个单位称样量的样品的标准添加,如果三批检测结果接近,取平均数上报;如果三批检测结果不相近,就是有难度乐,呵呵你要小心乐。我就是这样做的,比较繁琐,但是总还可以。

六十三、由于 Cr12MoV 中碳含量较高,用混酸溶解,不能完全溶解.过滤后标样不成线形.望高手能提供处理方法.酸为盐酸:硝酸:水=17:6:77

高温灰化后再酸溶解试试

六十四、测定土壤中的全量 Ti,用原子吸收要有什么 NOx 做氧化剂,不好办.用 ICP 测定,这样也不用稀释.用 ICP 测定,有没有什么特殊要求?

1. 用普通的消解方法就可以解决,敞口烧杯以 HCL NHO3 H2SO4--HCL 溶解样品。记不太清了,可能是 334 337 两条线较好。
2. 应该没什么问题的,334.941 的检出现也不错,主要看看样品的干扰情况如何
3. 相当的不错,我作过的,不过我是用氢氟酸加高氯酸溶解的

六十五、我需要测定规格型号为 ADC12 的铝锭中的 Fe\Cu\Ni\Mn\Si\Zn\Sn\Mg.有没有哪位同仁做过类似的工作?请教样品处理应如何进行?另外,标准溶液应如何配?

1. 我建议你用光谱分析,如果用化学方法分析比较慢,所需要配置的标准溶液也很多

## 2. 碱溶法一次溶样测定出口铝锭中硅和铁(分光光度法)

试样的溶解:准确称取 0.1000 以准确至 0.0002 动置于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 8.0 MDVL 氢氧化钠 5.0 ML 后,在电热板上缓慢加热至溶解完全,趁热加入 8.0 mol/L 硝酸 10 ML,振摇,使盐类完全溶解,待冷却后定容于 100 容且瓶中备用,

铜也可以用分光光度法乙醛-双环己酮草酰二脲光度法测定

微量镍的极谱测定

你做的可能要用 ICP 测定,其实纯铝的分解主要考虑溶解问题,其他的测定条件可以通过优化来确定

## 3. 一般都是采用先碱溶再酸溶处理样品

## 六十六、使用中的一台 icp 点火后做 Mn 有峰,但是调用一直使用的某个方法后再分析就

### 不出峰。基本每天如此

1. 按你描述的应该是机子不会有什么问题啊,你试试重新编辑分析方法怎么样,重装过软件吗,你不会是 VARIAN 的吧

2. 重新做一下波长校正,很可能是你的波长漂移得太多,所以你用原来方法就

### 不出峰了,还有就是如果你用的是长短波切换的仪器也可能是长短波切换有问题,这还是找维修工程师来解决的好

## 六十七、扫描 0.8PPM 的汞不出峰怎么办?大家分析一下是什么原因造成的

我找到了几个原因,你自己看着结合自己的情况分析吧

1.测试样品浓度低或标准不正确可造成不出峰,

2.雾化气堵塞或进样系统有问题也可能造成不出峰

3.测试条件没有优化导致不出峰

4. 对波长校正试试

## 六十八、ICP-AES 可以测 Hg 吗?

1. 有点牵强附会,可以测定的,只是检出现不是特别的好

2. 不知道你的限量是多少,是千万分之二的话,有点难,因为检测限就 0.005ppm 左右

3. 易挥发的原因

4. 是因为 I C P 对汞的检出限太低了,不考虑任何外界因素仪器检出限都比较大. 不适合一般样品中汞的测定.

当然,如果是加一套氢化物发生器的话,样品的提升量就大大提高,应该可以满足大部分样品的检测.

六十九、本人采用湿法消解,用 ICP 测定润滑油中的 P 含量。在购买仪器的最初几年, P 含量的结果与理论值是一致的。但 5 年后, P 的结果(在较低浓度,约 10ppm 左右)比实际值偏高约 30%。所有的标准溶液都进行严格的重新配制。请问专家:问题出在哪里?会不会是仪器使用一段时间后分光系统出现问题?(注:溶液为硝酸体系,除 P 外还含有 S、Ca、Zn 等元素)。

1. 我觉得你应该优化条件,重新编几分析方法,再用标准来验证,如果这样还不能解决问题,可能真是仪器的事

2. 看到了你只说标准溶液而没有提到试剂,看看你的试剂

3. 你可以采用标准加入法做一做,基体的原因我认为最大

4. 用标准加入法不行的话，可以考虑配一条基本和样品相同的标准曲线试试，说不定5年后你的样品基体改变了，改变到能够影响到你P的结果了。

#### 七十、有关 ICP 测硫酸中 Fe,As,Cu,Ni 的前处理问题？

Fe,Cu,Ni 你可以将硫酸蒸干后用稀硝酸溶解测定.As 这个东西不好办,最好是想办法能把他和硫酸分离,再测定,砷化氢用什么收集了好用 ICP 测定??需要考虑,

七十一、我测铈使用的条件是：谱线：206.833\*2,扫描宽度，0.3，副高压：8。溶样用的是:1:3 硝酸和酒石酸。请问一下这种条件测铈有没有什么问题是不是其中的哪一个导致了标准曲线或者样品做不出的原因。

1. 分析条件的选择每台仪器有所不同,所以不能给你说你选的条件的好坏,但是总体思路都是一样的,那就是选择没有干扰的灵敏谱线,尽量有较高的信背比.你可以通过谱图来分析以上条件,也可以用标准样品来验证.
2. 我标准是用 20ml1: 3 硝酸和酒石酸再加蒸馏水定容的。副高压是机子上的 PMT gain

#### 七十二、如何制作偏硼酸锂？

1.73.89g 碳酸锂和 122.6g 硼酸充分混合，在高温炉中，从低温加热到 400 度并保持四小时，这样形成的化合物叫偏硼酸锂.偏硼酸锂同四硼酸锂以 1: 1 的比率混合成的硼酸熔剂，是用 ICP-OES 作土壤和硅酸盐中主量元素最好的熔剂。主量元素是二氧化硅、三氧化二铝、氧化镁等

2. 不要这么复杂。

第一，偏硼酸锂有高纯的试剂出售。

第二，直接可以用碳酸锂和硼酸以质量比 1: 1 研磨混匀后，不用反应，直接使用混合熔剂就是偏硼酸锂（反正要烧的）。一般十倍样品的混合熔剂就可以熔的很好。

七十三、昨天我在测标准样品中铈的含量为 3.51%时，刚做完标准曲线，测出结果为 3.53%。。我再次重复性操作里做为 3.38%，第三次 3.46，第四次 3.56 请问是什么原因会这样的，我几乎是在同一时候做的。

1. 有些细微的地方倒不一定注意到，但这些足可以出现你的现象：样品溶液的沉淀时间是否足够或者是在过滤当中纸削的引入，在溶液中的细微的颗粒存在是直接影响提升量变化的，想想看雾化器的内管的直径才只有 0.\* \*的 mm 内。在有是等离子体的稳定时间；积分的宽度，对于稳定条件来说，都在 2-3 像素内，将其积分 4 个像素会克服掉这样灵敏的变化干扰。

如果做的是标准物质，都会给出一个不确定度的范围的。而且也最好不要只一个标准物质来控制分析过程，以高、低同时分析最好。这样即使出了问题也会好找原因。

我的 U.S Thermo Intrepid 仪器的稳定性是不低于 100 倍检出限标准溶液浓度来 repeat=10 RSD<0.5%，连续四小时，每隔 10 分钟测定一次共 24 个数据 RSD<2%，不知道你的仪器型号，各有不同。仅供参考！

2. 做这么高的含量，这个误差还不算太大吧。ICP 做铈本来就难做，我做某金属基体里的铈用五个标准点,做完曲线后马上测都不是很好.不过我每次做完标准再重新做过最高的一、二点标准,然后马上测,效果好一点

3. 我作过铈的,可以做到 0.0XPPM, 应该没问题, 至于精密度有的大于 1%, 不会超出 2 的, 当然了精密度与你环境, 火焰的稳定性, 蠕动泵调节的进样是否均匀等方面有关系的,

4. 还有一条：样品消解过程中温度的控制，要求是低于 300 度；定容溶液酸度的控制，防



止铋的水解。

七十四、下个月就要实验室认证了。所以我前几天去买了新的标样，有 **CU, PB, AS, CO, CD, CR, ZN**。配的 **0.1** 和 **1PPM** 两点。做好标准曲线后用 **1PPM** 的标样当样品做，却做出来不是 **1**，都大 **0.02~0.04**，到底是什么问题

1. 你是说 **1PPM** 的是 **1.02PPM** 吗,这个我觉得应该还是比较正常的,当然还与你测定的元素及灵敏度有关,想想为什么用 **R** 来表示直线的线形,如果要做的更准确点,可以在条件优化的基础上考虑增加测定的次数和读数时间及清洗时间

2. 首先不太清楚你样品的类型:我是做地质样品的,就这种类型而言,如果想通过等离子体光谱仪来做所说元素分析,其中 **Pb.As.Cd** 这三元素是有困难的,一般情况下 **Cd** 在 **0.0XX---10.Xug/g** **AsX.XX---xxx ug/g** **Pbxx.x---xxxug/g** 之间,不适于用它来测量。**As** 用 **AFS** 来测还是不错的。

数据出现的问题你可以连续重复测定多次**>10**,看其重复性和稳定如何?取其平均值,看从中能不能够找出系统误差?这样就好解决一点了。

3. 建议先对仪器进行检定,可以和国家标准物质研究中心联系

4. 看分析结果似乎仪器存在漂移。不知道 **ICP** 有否仪器状态每日变动校正作业?如有,则在分析被测试样前运行该作业或许能解决上述问题

七十五、请问 **ICP-AES** 和 **ICP-OES** 有什么区别?

**ICP-OES** 和 **ICP-AES** 是电感耦合等离子体发射光谱法不同时期的叫法, **ICP-OES** 即 **Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry--电感耦合等离子体发射光谱法**,旧称 **Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)**,由于等离子发射光谱技术中不仅选用原子谱线而且更多地采用离子谱线因而称 **ICP-OES** 更为科学准确

七十六、我单位一台瓦里安的 **ICP-OES** 做测试 做溶液锌的含量检测,标样为 **100ppm**,试样含量大约为 **50ppm**,检测时连续对一份试样进行几次检测,每次检测数据都不一样,相差比较大,(洗样时间设为 **20** 秒,早晨开机,温度已恒定),请问各高手 应该是什么原因?

1. 蠕动泵调节的好吗?进、出样是否均匀。还有一个原因就是你的进样系统是否干净

2. 仪器的环境温度也很重要,必须要预热好了才测

3. 你的标样浓度应与试样浓度相接近

4. 你的这个标准浓度比较高,如果选用数据库中的第一条线,强度肯定很大的,按你的测试样品建议你 选强度适中的谱线,

5. 选个发射强度适中的分析线

6. 问题可以从以下几个方面去考虑:气、气压、稀释

7. 最好还是考虑进样系统

8. 在条件相同的情况下,注意一下气体,进样吧

9. 主要原因在于进样系统,例如,泵速,雾化器

10. 还有环境稳定性

七十七、汞灯是如何校正波长的?

1. 主要利用汞的长中短波长来进行校正的!使用 **253.7nm, 546.1nm, 871.6nm** 等来进行,具体方法各厂家也不相同。这样校正过的波长在分析区域 **190-900nm** 即可以得到偏差较小的波长准确度了

2. 从小到大, 选取汞的波长进行扫描后, 将偏移数值填写在仪器初始化参数内。

### 七十八、ICP 测钢铁中的铝怎么老是不稳?全铝和酸溶铝的线能互用嘛?我师傅今天用两个标样就作了一条线,这样行嘛?

1. 用两个标样做一条线,只能测含量介于两个标样之间的浓度.另外,ICP 要注意基体匹配.
2. 用 1 个标样做单点校正反而比两个标样的适用范围广. 但用两个标样不宜用于两者浓度范围外的测定,否则有可能导致很大误差.
3. 目前 ICP AAS 分析一般采用相对分析方法,也就是通过建立标准曲线(标准浓度和信号响应的关系)来确定未知样品的浓度(通过测定未知样品的响应信号来反过来求样品浓度)
4. 用一个或两个标样做曲线可靠性不高,必须带上一个和试样相近的标样验证曲线的可靠性,否则,难以判断,而且,就算曲线不可靠,回打线上标样,值可能仍与标准值一致.

### 七十九、ICP-AES 的线形范围为什么能达到 5-6 个数量级?

1. 应该是和趋肤效应有关吧, 等离子体外层温度高, 中央温度低, 进样是在中心通道, 因而减少了冷原子蒸汽自吸吧
2. 我认为同检测器也有关系

### 八十、关于元素指纹技术?

所谓指纹图谱,就是你实际扫描下来的图谱,每一种物质都有其特征性的指纹图谱,只不过,人的指纹是不变的,而指纹图谱是随着温度等条件变化的,如果有一类物质的大量的指纹图谱,就可以通过化学计量学的手段进行类别的判定

### 八十一、我在一份消解胶料的标准中看到在弄硝酸消解后的最后一步,说加 10ml 的盐酸加热后定容,我想知道盐酸在这里起什么作用。

1. 也许是对某些元素用盐酸介质定容在测定过程中的性能(比方背景等方面)比较好
2. 你看到的应该是 USEPA3050 的方法吧? 本来这个方法是做淤泥土壤沉积物的,勉强用来做 plastic 而已。之前用的是硝酸,再加入一点盐酸,有点王水的味道,溶解能力更强。昨天我还做了一次试验,没有冷却就加盐酸,结果将近一半的 plastic 都冒跑出来了: 因为反映剧烈。
3. 有些分析波长易受到 NO 分子光谱的干扰,所以不常用硝酸

### 八十二、谱线的基线突然偏高是什么原因?

几个情况:

- 1、定容液介质有变化
- 2、雾化压力有变化
- 3、雾化器插入深度有变化(玻璃同心鼓型)
- 4、蠕动泵泵速有变化
- 5、其它等离子体对话框条件的变化(RF、Auxiliary gas、Uv-Vis Range)
- 6、观察高度的变化

主要原因就是介质变化或者是导致引起测定基体变化的,还有一个就是仪器设置的变化

7. 有可能是你的雾室损坏,有细微的漏气
8. 也有可能是你用的氩气的质量有关。
9. 外界条件的因素, 是因为湿度太大

### 八十三、不同的元素是不是要用不同观测高？及对测试结果的影响？

1. 观测高度不仅受元素种类的影响,还受基体的影响,因此最好采用含有大致和基体相同的标准溶液来做最佳观测高度
2. 对测试结果的影响主要有影响测定的强度和信背比,也可以说高度不同背景等小浓度不同,当然也影响检出限了
3. 你在做分析方法的时候,找条件必须要在不同观察高度做一下,那个高度灵敏度最高和干扰最少就选哪个的了!
4. 在 ICP 分析测试条件优化中应该说观察高度的选择是比较重要的一个步走,所以,特别是对于垂直系统的,必须要进行这个工作

### 八十四、关于 ICP 测自来水中的 Fe,Ca,Cd,Cu,Mn 等微量元素的前处理问题

1. 要注意：样品要与标准保持一致，注意实验用水要用超纯水
2. 加酸就可以了,其实我看直接测定也可以
3. 保证酸性介质久 OK 了。标准曲线法当然要尽量使样品和标准一致了。
4. 制作标准曲线,水样浑浊要过滤可直接测 控制酸度
5. 加酸直接上机测定。不过有的要求要过 0.45um 的虑膜。还有 K、Ca、Mg、Na、Si 要用原水测。尽快测原水，要不有些元素可能会偏低。

### 八十五、我在测试土壤中的重金属时，和标准物质标准值比较，发现 Cr 偏高，Pb, Zn 偏低的原因可能有那些？

1. 我想首先你应该确定是否是样品处理的问题,其次考虑你的分析条件选择的是否合适,也就是条件优化的是否合适
2. 1.你选择的消解方法：Pb.Zn 消解后以 HCL 介质为最好，HNO<sub>3</sub> 的有点偏低而且重现性也较差，如果低的较严重考虑消解的问题（加入 HF 消解后再看看结果），Cr 也是同样（偏高要考虑从哪个过程中引入了 Cr 空白，不知道你用什么坩埚钳操作的，这可能是大问题，我向来是用铂头钳的）。再者是分析线及分析条件选择的问题，Soil 这几个元素的值基本在 10--150ug/g 以内。
- 2.样品与标准溶液之间的基体匹配很重要，样品的信号干扰很严重，特别是 Pb 有非常明显的斜坡背景干扰(220.353 唯一强度最高的线，sample's subarry 简直是一踏糊涂，建议：谱峰与双侧背景的积分宽各为一个像素并只空出一个像素位置，注意要点：采取这样的方式时对仪器的稳定性要求很很非常大)，Zn213 有不太明显的重叠峰干扰但问题不大，Cr 我的印象记得不是太深了，所以暂时没有好经验告诉你。

### 八十六、求助铁矿石(主要是赤铁矿和磁铁矿)的碱熔方法？

1. 磁铁是王水溶解
2. 可以用氢氟酸消解的，不一定要用碱
3. 采用混合熔剂（碳酸钠、碳酸钾、硼酸）在 850 度的高温炉中熔融 15 分中后再用 1+1 硝酸可溶解
4. 用碱熔多费事,还引进碱金属的干扰。用王水+HF+HClO<sub>4</sub>+HNO<sub>3</sub> 完全没问题

八十七、想测定油漆中的 Fe 含量，接近检出限了，该怎么处理油漆呢？是用 ICP 测得干法消解，但要避免损失。不能直接对油漆进行湿法消解，可能会与有机溶剂剧烈反应，可以先将油漆涂于干净的玻璃板上，待干了之后取下粉碎再湿法消解。

#### 八十八、ICP 老是灭火,请问是什么原因呢?有什么解决的方法?

1. 看看雾化室有没有积水
2. 看看气体是否纯度够; 是不是线圈上有水?
3. 可以查一下氩气纯度
4. 有可能是电源坏了
5. 单独讲灭火:
  1. Ar 不纯
  2. 泵管漏气.
  3. RF 功率发生器
  4. 工作线圈
  5. 各种工作气体的流量.
  6. 泵夹松到.
  7. 工作环境条件
6. 如果是使用中熄火, 我知道可能的原因有下面几个, 你可以参考下
  1. 氩气不纯~~~~气快用完的时候瓶底的残渣可能造成熄火。
  2. 循环冷却水不符合要求~~水位低了或者水脏了
  3. 样品的组分比较特殊, 盐类高了
  4. 仪器温度高了, 自动保护了
  7. 还有, 样品中若含有机物, 也易灭火.

八十九、1.我在测试样品过程中,偶尔会发现仪器会发出较大的“兹兹”声,就和刚点火,蠕动泵刚转起来,水进入雾化器时的声音很象,但熄火重新点燃此现象就会消失!发出声音的时候,火焰正常、IP 电流正常、泵蠕动正常!请指点!

2.由于我一般是做 Ni, Co 啊之类的金属,对碱金属做的很少,今年领导要求对 Na, Li, K, 进行测定,经我询问朋友,他们说可以测定,但我测试的效果不是很好。(我使用的为功率为 750w, 950w, 1150w, 1350w; 雾化器压力分别为 25psi、30psi、35psi) 请问各位高手一般你们的设定条件是什么。

3.另我现在要对 ZrOCl<sub>2</sub> (白色或淡黄色晶体、酸性、易溶于水) 中的 Ba、Al 测定, (ZrOCl<sub>2</sub> 晶体中 Zr 约 35%, Ba 约 0.0010%, Al 约 0.0100%) 测试过程中,发现测试效果很差,本人一般选 5 条较好的线来做,但对该样品进行测试,发现测试结果很不好,不同谱线测试出的结果差别有 10 倍之多,用标准加入法作出来情况也一样。

1. 1.建议在点火之前先通一会儿的水和气.也有可能是发射功率不太合适,你可以观察一下是否是火焰发出的声音?

1.2. 做碱金属各种仪器可能会有所不同,也请其他高手赐教.不过我认为做样的功率通常都不必超过 1.3K.

1.3. 用一两条比较灵敏的线做就可以了,不必 5 条.差别有 10 倍的那条也许有其他谱线干扰,因为正常的话不可能有这么大的误差.不过铝的灵敏度会稍差,你要注意定容后溶液里的浓度大概有多大?

2. 1.“偶尔会发现仪器会发出较大的“兹兹”声”-问题可大可小, 建议请仪器维修人员认真检修为好。

2.2 关于“标准加入法”-必需注意基体总浓度不能太高, 即两者的强度比不能相差太悬殊.当基体总浓度较高时, 打印出用 MSA 法测定 (曝光十次) 的结果, 你会发现: RSD 很大! 即其平均值无法让人相信-用它可以报告结果?

九十、我在做土壤有效钼的时候，老会遇见这样一个问题，定性的时候，标准就一个峰，而样品就有两个或者更加多的峰，可是仪器每次定性检测的峰读数都是最高的杂峰，但是在做植物有效钼的时候它就直接读钼含量的峰，有谁能告诉我什么原因？

1. 不知道你是如何定性的,你的机子是如何设置定性的,我一般情况使用一个以前专门做好的标准曲线(每个元素用两个标准,其浓度根据强度或样品性质来确定),到定性时利用以前的曲线直接分析样品溶液就可以了,看峰当然要看分析波长处的待测元素的峰了,当然了出现干扰峰就需要采取响应的其他措施了
2. 我们做定性的时候,用标准里面浓度最大的和一个样品来定性就可以了,然后就看谱线,找到需要的峰

#### 九十一、谈谈空气流切割尾焰的利弊

1. 空气流尾焰切割是  $pe$  水平矩管消除尾焰干扰的技术,个人认为存在尾焰波动较大,空气压缩机噪音和污染的问题,不如冷却锥劈开尾焰技术先进
2. 很简单的道理,一只燃着的蜡烛,你用气对着焰炬吹,焰炬就会抖动.空气流切割尾焰有弊无利,所谓的利是相对于垂直观测而言。
3. 去处尾焰一般方式有:吹式,吸式,冷锥式,都能切除尾焰.但仅就去除尾焰而言的这几种让我选,我会选冷锥式,因为它噪音最小.其他两种,相对噪音都非常大,有如在棉纺厂里一般,说话都得提高好多分贝.
4. 弊:噪音\耗气\炬焰抖动  
利:作为尾焰的消除方式,也确实起到了作用
5. 效果:冷锥式>吹式>吸式.

九十二、我公司有很多产品含很高的基体,如  $Na$ 、 $Ni$ 、 $Cu$  等,请问如何准确检测微量元素?特别是  $Pb$ ?举例,含 50%的次亚磷酸钠溶液中测定 2-4ppm $Pb$ ?我经常测不准。如有什么好建议

1. 2-4ppm $Pb$  在没有谱线干扰的情况下 应该能准确测定的,对于你说的集体复杂只能自己通过谱线 分析来确定了,可以告诉你的是你要自己优化测定条件,不要用仪器默认的条件
2. 如果说谱线没有被干扰,基体浓度又没有超高,应该问题不大的,在满足要求的情况下,基体溶液尽量稀一点
3. 可以考虑使用标准加入法
4. 你确定干扰是由于次亚磷酸钠引起的?那就在你的标样里加同样浓度的次亚磷酸钠试剂,这么高浓度的铅感觉应该能做准
5. 建议你选择 283.061 试一下

#### 九十三、请教:ICP 测定钢铁中钴元素含量的方法?

酸溶法处理样品,你需要准备钴元素的标准样品.建立标准曲线,测钢铁中钴元素含量。

#### 九十四、 $B, K, Na, Ca$ 分别选什么样的条件,测定效果可以好一点?

$Ca$  用 2 0 2 \ 2 1 0 \ 3 1 5 \ 3 1 7 都不错.

$K, Na$  5 8 8 \ 5 8 9 \ 7 6 6  $z$  线.但要求等离子体设置条件雾化压力要大,RF 功率要低才会干扰最小.结果非常可靠.

九十五、我用的 Varian ICP-OES MPX 型的.今天清洗了整个雾化系统后,校正炬管和波长.在分析自来水时(49ml+1ml $HNO_3$ -->50ml)发现  $K, Ca$  饱和(1.0-2.0mg/L  $CaKMg$  等混

标),后来稀释 25 倍测定,发现结果 K 只有 1.5mg/L 左右, Ca 则 27ppm,我在参数里已经设置了计算倍数,按饱和量计算, K 至少也有 20ppm 以上啊?进样系统又没有堵塞。。为什么 K 出现这样的计算结果?再测一次结果好像又正常了

不知道你遇到过这种现象没有,有时可能是你软件操作不对,或软件的响应时间比较慢,可能与你的计算机有关系,

九十六、基体不匹配的问题的后果是什么?现在解决这个问题的方法是什么?

测试结果不好。

解决的方法是基体匹配、加内标、分离和标准加入

九十七、正常开机点火 15 分钟之后寻峰,一切参数都未变,溶液是每次用的 4 ppm 的混合液,第一次只有 193 的砷寻峰 pass,重做时 194 的汞也通过了,

之后怎么做(新配标液(混),加大浓度)220 的铅,283 的 Cr,228 的 Cd 都通过,324 的铜通过了,有时 Cr 线能通过,但峰形不理想,其中 Cd 线是因为呈现两个峰而通不过的,在其右侧的砷线也出来了,后来配了 Pb(4 ppm)一开始做一根线也没找到,过了十几分钟,总算 220 的找出来了,但是以前做过的 283 和 405 线都未出峰,我看了一下,当时背景值特别高,有 4 万多,一般以前最多大概也只有 4 千多,换回第一次用的寻峰液又正常了,做的标准曲线也可以。

1. 是不是背景不稳定可能造成测定的不稳定
2. 雾化器的问题
3. 观察一下进样情况,是堵还是没有样品进到距管;把雾化器拆离距管,通水\气,观察雾化情况,或进有火焰颜色的样品观察。  
相信是进样系统的问题
4. 个人觉得问题有可能是因为我上次炬管没装好,因为我上两次看黑色通道基本没有,今天拆了重装感觉中管和内管高度离得太近。其余没发现异常

九十八、雾化气压力(流量)是如何影响发射强度和背景强度的?

1. 气体流量的优化也是很有用的。可能大部分使用者多在使用仪器厂商推荐的条件而忽略了其优化。

载气流量对测量的影响较大,而冷却器和辅助气的影响较小(相对而言,冷却气的影响大一点)所以有些仪器的辅助气流量极低。

载气流量对信背比有一个最佳值。开始时,载气流量加大,进样量增多,进入 ICP 的量自然多,谱线强度增大,信背比会提高。但过了一定值后,载气再加大,速度太快,使进入 ICP 的粒子来不及激发而冲出 ICP,同时流量过大的载气也使 ICP 温度降低。这样发射强度也会降低,信背比也变差。

值得一提的是,载气流量还影响最佳的观测高度。一般而言,流量增大会使最佳观测高度增大,原因同前。

2. 我的雾化器压力从 25psi 到 35psi 变化,  
功率从 750 到 1350 变化!实验下来,对我做的金属来看,基本上差别很小,所以我现在都用默认值!
3. 载气流量的大小与分析时候的发射强度有关系,和背景强度的关系不是很大,但是我们载设计试验时要做载气流量对 BEC(背景等效浓度)的关系图,以确定最佳的雾化气压力,但是由于发射光谱是多元素分析,不可能达到每个元素都到最佳,只能折中选择,通常是考虑最难的元素。

九十九、刚刚购买 ICP,不知道什么原因,我作的结果总是低,不管是有机还是无机样品。

1. 仔细拿样品或标准优化测定条件
2. 对于有机样品不清楚你的标准是如何配的,但是需要注意有机样品相对与无机水溶液需要教高的功率,否则容易造成熄火和原子化不完全
3. 请考虑:
  - 1、样品消解是否完全;
  - 2、基体是否匹配(与配制标准曲线的标准液比较);
  - 3、样品浓度是否在标准曲线下线性范围;
  - 4、测试过程是否有损失(不要小看一些简单步骤,滤纸是否有吸附,是否完全转移)
4. 查看消解方法是否合理,另要将仪器条件优化

一百、工件为铁基体,上面镀一层锌,锌层再经过铬钝化。客户要求检测工件表面中铬的含量。请问如何进行样口预处理,是将铁基体一齐切下来溶解分析,还是通过什么办法将锌层合理地溶下来再测。

溶解 0.4g 的 1,5-二苯卡巴肼在 20ml 的丙酮和 20ml 的乙醇 96%的混合物中,溶解完毕后,加入 20ml 的 75%正磷酸溶液和 20ml 的去离子水。使用前不得超过 8 个小时制备。

放置 1 到 5 滴测试溶液在样品表面,如果六价铬存在,红色到紫色的颜色就会在几分钟内显示出来。不用考虑此后出现的任何颜色,例如在干燥的时候出现的。

未了比较,类似的要测试样品底材。

如果测试表明样品中存在六价铬。那么就需要执行定量的分析。

二零一、以前点火都是一下就点着了,最近两天点火怎么能明显看到在线圈里有和闪电一样的火丝,持续时间也有 6-8S,才能着火

1. 距管有水或者氩气很潮湿  
我以前距管没晾干就点出现过这现象.
2. 我遇见了这样的问题,老是几次都点不着,换了气后又可以了
3. 如果排除了氩气纯度的问题,很大的可能会是功率藕合不足所致(线圈上有水雾,线圈有腐蚀,炬管安装问题等)
4. 空气潮湿可能产生这个问题;另外线圈与距管的位置不同轴也会

二零二、今天下午做样的时候,氩气瓶与仪器管道接通的地方有液体状的东西不知道是怎么回事,在进行做样的时候,波长漂移很大。蒸馏水扫描的时候有前一次扫描峰的位置相差很大,这是怎么回事。

1. 你听到接口出有漏或用肥皂水测试一下,可能是漏气。
2. 很正常的啊!氩气在减压过程中好象会有个吸热过程,就会在管道外面形成水雾!就和冬天屋子里面热就可以在玻璃上形成水雾一样!
3. 一般就是冷凝水了。经常见,不要太在意

二零三、谈谈 ICP-AES 中需要定时维护的部件

1. 个人用的经验是泵管要长换,还有就是炬管要经常清洗,雾化器要是堵的严重也要清洗。别的基本都是耐用品,不出大的问题一般不用动的。
2. 还有冷却水\加湿器里的水都要定期更换  
另外,采光系统里的透镜也要定期检查,脏了也是要洗的

一零四、我今天做植物样品有效钼的时候，标准做出来很好，后来做样品的时候基线就越来越高，读数就越来越小，真不知道什么原因？

1. 是不是雾化器堵塞
2. 可能是基体不同造成的,你可以通过标准加入法来解决
3. 干灰化的样品就是堵雾化器。你可以根据需要做一些加标回收，然后过滤再做就会好的。我们就是这样的。过滤以后基本不堵了

一零五、分析土壤中的 **Ca, Mg、Fe、Sr、K**，如何进行干扰实验，特别是对 **Ca** 的测量？

1. 你可以自己设计选择干扰离子的种类，浓度范围，再选择合适的土壤标准物质，反复实验，应该不难。
  2. 进行光谱拟合校正就可以了。
- 不过这几个元素几乎没有什么光谱干扰，利用基体匹配，背景校正就可以了。  
钾不太好做，注意背景点的选择。

一零六、有个金属样品，完全不知道是什么元素，需要知道里面含有的所有元素，用 **ICP** 能做这样的定性吗？难道我把所有元素的灵敏线和次灵敏线选上，然后再拍照？不太好操作吧，就算拍出来了照片，很多谱线挨的很近，也不好判断是哪个元素的啊！是不是用荧光能谱能做这样的定性？

1. 我想每个 **ICP** 都会有全谱扫描的功能，我这里叫 **Image**,这个是用来定性的，你看看你的说明书。

用 **research** 下面的 **image**，我说的是你的软件，我自己还没做过，软件提示我的 **Image** 坏了。

2. 选元素的话，照片拍完也可以选，都一样的。

那个 **Wavelength Finder**,打开照片的时候，在右上，有一个图标：圆圈里面一个符号那个就是了

3. **INTREPID II** 的仪器做定性肯定没问题，一般这么两种方法

1. 拍一个全谱图，找到曝光点，用波长寻找，看一下这个曝光点可能是什么元素的谱线。
2. 条件你是高手，作惯了定性，一看曝光点的位置就知道是什么元素了。我见热电的工程师做过，真牛，随便哪个点他都知道是什么元素什么波长的谱线。特牛 **X**。

注意，一般一个元素在全谱图上不会只有一个特亮的曝光点，如果同时出现几条该元素的特征线，基本上可确认。但是如果只有一条，就要一定的经验了。

4. 先做个半定量分析，然后再根据结果进行准确分析。

一零七、什么叫内标法？**ICP** 仪器在什么情况下才使用内标法？使用内标法有什么好处？

1. 我个人认为 **ICP** 一般常用标准曲线法，内标法不常用。

简单的说：内标法就是用在样品中定量加入你要分析的物质，通过测得的实际样品量和加入样品量的比值来定量所要分析的样品含量。内标法主要优点是简单，快速。缺点是没有标准曲线法定量精确。

2. 内标元素肯定不是分析元素,应该和被分析元素具有相近的挥发性。至于好处是为消除仪器状态变化的影响。如果状态发生变化，分析物的响应、内标物的响应亦随之变化，分析物是以内标物为参考的。

3. 内标法是相对强度法，首先选择分析线对；选择一条被测元素的谱线为分析线，再选择其它元素的一条谱线为内标线，所选内标线的元素为内标元素，内标元素可以是试样的基体



元素，也可以是加入一定量试样中不存在的元素，分析线与内标线组成分析线对。

内标元素与分析线对的选择

(1) 内标元素与被测元素在光源作用下应有相近的蒸发性质

(2) 内标元素若是外加的，必须是试样不含有或含量极少可以忽略的。

(3) 分析线对选择要匹配；或两条都是原子线，或两条都是离子线，尽量避免一条是原子线，一条是离子线。

(4) 分析线对两条谱线的激发电位应有相近。若内线元素与被测元素的电离电位相近，分析线对激发电位也相近，这样的分析线对称为“匀称线对”。(5)

(5) 分析线对波长应尽量接近。分析线对两条谱线应没有自吸或自吸很上，并且不受其它谱对的干扰。

4. 内标法主要是为了消除分析条件的波动对分析线强度的影响而采取的一种方法,常用于火花和电弧发射分析中,由于 ICP 自身的稳定性很好,一般很少用这个,不过当基体效应比较大时可以考虑采用,他在 ICP 分析中消除溶液物理性质差异方面还是有比较明显的优势,内标法主要是利用分析线对的强度比和待测溶液的浓度来做标准曲线的,通常是通过在标准和样品中加入特定浓度的内标元素来进行的,在 ICP 分析中选择内标没有在火花和电弧分析中那么严格,但是还是要注意选择的内标元素最好和分析元素同族,原子半径大小相近,尽量使用相同的分析线,或原子线或离子线,分析线和内标线的波长尽量靠近.

5. 内标法一般要使用内标元素;

内标元素: 加在具有相同浓度的校准用标准溶液、校准用空白溶液和样品溶液中的元素。这些元素的加入是为了调节分析仪器的使用过程中的非谱线干扰和随时间产生的变化。

一般的内标元素为 Sc、In、Tb、Lu、Re、Rh、Bi 和 Y。使用 ICP-OES 时, 一般推荐使用 Sc 或 Y。

6. 内标元素必须是样品里不能含有的,而且每个样品与标样的内标浓度是一样.只有对于多通道和全谱直读的仪器才可以内标.

简单的可以使用在线内标的东东.用 Y 管以固定流量比将样品与内标液混合进入系统.当然适合用蠕动泵进样系统.

一零八、最近有用到 Thermo Iris Intrepid II XSP Radial 系统来测试镁合金样品中的银离子浓度，采取的标准溶液建立工作曲线得到相关系数 9999.5%，同一个样品连续测试两次或者过半个小时后再来测试该样品发现 Ag 的数据重复性能非常差。背景：机器点火稳定半个小时以上，镁合金中含有一定的氯离子，含量小于 100ppm，溶解镁合金的方式为硝酸，盐酸，但是出现乳白色的胶体，是否为 AgCl?即便是测试标准溶液 20ppm 的 Ag,过 30 分钟后只能得到 13ppm 的结果，进样系统为常规的同心玻璃雾化进样系统。请高手指点原因和解决方法。

1. 按照我的了解：镁合金材料里面含有 100ppm 左右的 Cl，而同时含有较多的 Ag，所以在溶解的时候会形成 AgCl 的胶体，离心或者加入过量的盐酸等不能产生真正的沉淀，所以导致分析不准确。

2. 盐酸的体积分数要大于 35%，只有那样才是形成络全合离子

3. 如果用盐酸的话一定要过量让其成为络离子,当然标准也要用络离子配置,还有一个问题就是仪器优化最好用合金集体溶液来做最好的 SBR

一零九、早就听说 ICP 可以冲氮分析一些元素,但具体怎么冲氮不是很了解,我们平时的氮气是作为动力七十年代用的,抽真空用.当然以前用别的仪器没有真空,是有冲氮的功能,具体不知道怎么弄?是冲洗光路?它进入进样系统的吗?是分析的时候通氮气还是通氮气冲洗之后

### 关掉再分析？

1. 氦气是用来给光室驱气和做冷却气用的,雾化气仍用氩气,这样做可以节省氩气,但效果没有全部用氩气好,你所说的冲氮分析我的理解是光室冲氮气
2. 开着仪器,开着氮气,让氮气自然充满光室,时间长些。

### 一一零、有没有用长颈平底烧瓶溶样的？

1. 做定量用要专门定做配套的盖,即磨口塞不能有漏。如果没干扰时也可用塑料纸包软木塞做盖。
2. 做植株中的全量 N、P、K 就是用这个东东溶样。你仔细看电炉的后面有一个可以插铁棍的孔,把买电炉时带的那根铁护栏插到孔里面就可以固定 K 氏瓶了。

### 一一一、同心雾化器堵塞怎么清理？

1. 清除堵塞物:

当然首先把雾化器拆卸下来.

1. 用一个针筒,按进样反方向将水或清洗剂抽入雾化器。
2. 或者用气压从雾化器出孔吹 (即,用氩气管套在雾化器出口上吹。),将堵塞物吹出。
3. 如果仍然不能将堵塞物清除,将雾化器浸入浓硝酸中一晚上,注意雾化器中心毛细管中完全被酸液浸到,而无空气。

(在将雾化器浸入酸液之前,可用微量移液管在雾化器中心管中注入酸液。)

4. 用水彻底清洗并晾干。

### 注意

千万不要用超声波清洗器清洗玻璃雾化器。

2. 我个人是用氩气反吹
3. 通气通水,用手堵住雾化器喷嘴,让氩气倒吹.....要注意你的雾化器是什么材质的,小心点哦

### 一一二、试样为已处理成氰化亚金钾水溶液,想请教各位砷分析中所使用的谱线及需要注意的事项？

1. 就是用 1 9 3 . 6 9 5 这条线,砷记忆效应也很明显,注意清洗。
2. 可以利用砷化物发生器进样。
3. 密封溶样或微波消解,ICP 直接测定

### 一一三、没有纯铈粉,有没其他方法消除样品中大量的铈对其他微量金属测量值的影响呢？

1. 在这种情况下,可行的方法是标准加入法,但是该方法的准确度比基体匹配的要差一点,在做标准加入法的时候,一定要注意加入量与溶液中的待测元素的浓度相当
2. 可以做几个点,做一条加标曲线,样品含量当然要在曲线范围之内了。
3. 用内标试试

### 一一四、我做 GH44 的 W, Mo, Cr 等元素,请问 DX 们功率,雾化气流量,观测高度等条件试验怎么做？

1. 改变一个条件,固定其他条件,以强度或信背比为优化目标做实验
2. 用正交设计
3. 单独一个元素的个中优化条件做正交就出来了,但是假如多个元素一起的话有的时候有

些条件可能就要适当的折中

4. Mo2020 线,5% H2SO4 要求与标准酸度绝对匹配,如果在这差 2%的酸度左右.可以让结果在 11%左右.要求在三工作日内结束测试工作.时间长了高含量的 Mo 有水解现象发生.pump:130r 2.82ml/min Nebulizer:25PSI Aux.:0.5 RF:1150 Uv:15S

分析实例:辉钼矿 47.08%标样 测试结果 47.09 47.11 47.08% 以及边贸外验黄海道样品在 30%左右(自我感觉较为经典.自己尝试出的方法-主要指样品的溶解问题上)

W207 线.采用的碱介质分取酸化.火焰难看,背景高.建议少量分取大体积稀释以减少碱金属干扰.

Cr 用的 2677 线.样品溶解过程注意空白的进入干扰.

一一五、在 ROHS 测定中,拆卸原则有一条是电子元件本体可以在一起测,那这个电子元件本体是指电路板吗?电路板上还有很多元件比如电阻,电容,集成块,集成块上还有金属,这些是不是应该分开测呢?另外,对电镀层的测试中,如果是电镀 Cr(该镀层会不会同时镀铬又镀其他金属?),那还有必要测吗?是不是对电子产品全面禁止 Cr 的电镀啊?最后一个问题,呵呵,91/338/EC 电镀指令哪些设备是禁止 Cd 电镀的啊,我看了英文版好象有没看到?

我常做的是手机按键,相机旋钮,MP3 按建等产品表面六价格的测试,其制程是:CU/Ni/CR.

一一六、请问使用 ICP 时样品前处理是否必须要有酸存在,比如氯化钾用纯水都能溶解,是否一定要加盐酸或者硝酸?如果要加,在这里酸是起什么作用?

1. 不一定要有酸的存在,主要看要测什么元素了
2. 样品澄清的话,就不会对进样系统有损害,用水就能溶解的样品可以不加酸.不过一般的标液都是加酸溶解的,所以样品里加点酸也许是起到酸度匹配的作用吧!
3. 加酸主要是考虑水解和吸附,有的是为了提高灵敏度,也有的是降低背景
4. 一定的酸度获得最好的检测结果
5. 酸的浓度高低对测试结果影响是较大的,尤其当含有硫酸基体时.因此必须根据自己的测试要求严格控制酸的浓度,做到匹配那是最好了。
6. 主要看测什么元素。一般酸是提取样品和保护剂的用处。我测过的好多样品都没有酸的。比如说土壤有效态好多都不是酸介质
7. 加酸多少对检测结果有影响!测试液与标液要匹配!

一一七、我用的 LEEMAN 公司的 ICP-AES 仪器测 ROHS 的重金属,每种元素用 2 条线来测其浓度,但有些样品的干扰比较严重,一条线浓度很大,一条线浓度又很小,我想用标准加入法来消除干扰,但不知道那些参数怎么填,比如样品里加多少标准液合适?

1. 标准加入法就是将一定量已知浓度的标准溶液加入待测样品中,测定加入前后样品的浓度。加入标准溶液后的浓度将比加入前的高,其增加的量应等于加入的标准溶液中所含的待测物质的量。如果样品中存在干扰物质,则浓度的增加值将小于或大于理论值。
2. 加入量须与溶液中含量基本相当。

一一八、PE Optima 3300XL 在点火一个小时候后,进行测定,同一溶液 Al308 线越测越高,刚做完标准后做到 0.502%,十分钟后再测变为 0.506%,二十分钟后变为 0.508,请问是什么原因?

1. 首先看电压是否正常,其次走标样看曲线。
2. 看数据要看和标准浓度相对应的浓度

3.1、对百分含量来说，0.502%、0.506%、0.508%之间的误差应该是允许的，你可以算一算 60 分钟内的 RSD 是多少。

3.2、每 10 分钟测 1 次，以 % 值为纵坐标、时间为横坐标绘制一条曲线，看什么时间平稳下来。

4. 仔细检查仪器后，发现进样管扁了，更换后，问题解决。看来节省是有风险的。

#### 一一九、用加入内标的方法可以消除基体影响吗？

1. 内标法可以消除因仪器波动而造成的影响，提高测定的准确度和精密度，但是不能够消除基体影响。

2. 是用来消除由于仪器造成的系统误差，对于集体影响不见的消除，当待测物质和集体存在量的影响关系时，就不能

3. 内标是控制仪器的变化。

4. 内标只是避免操作过程中的偏差，但是没有办法克服元素的干扰的！

5. 内标法只能消除仪器波动所带来的误差,如果要消除基体的干扰,可以用标准加入法

6. 内标方法是克服因样品基体所导致的强度变化和其他波动而采用的一种补偿技术,该技术可改善分析的准确性和精密度。内标方法首先测得标样中被分析谱线和内标谱线强度的比值,并将该比值引用到样品的测量当中。如果内标选择适当,内标在标样和样品中的比值应当是一样的。也就是说,样品的基体效应对被分析元素和内标元素的影响程度是一样的,因而可根据该比值的变化情况来校正基体的影响。样品基体所引起的进样速率变化,总是会导致样品在等离子体中激发条件的不同,要将粘度效应与等离子体效应分离出来是十分困难的。内标可以对两者效应同时进行补偿。因此,内标法是一种较好的校正基体干扰的方法。

7. 内标法的确可以消除一些基体的影响,但要看是哪方面的.如是因基体的浓度或粘度则此法是可行的.如是因基体的谱线对其有干扰则要用基体匹配法或干扰系数扣除法了.

#### 一二零、怎么能定量分析元素组成？

1. 先打一个 ICP 谱图,看主要含哪些物质再来定量分析!

2. 用 ICP 拍一个全谱图(记得紫外与可见均要),针对一些较亮的点确定是何种物质再进行定量检测.

#### 一二一、为什么外管等离子气要由切线方向进入？

1. 这样容易形成环状的气流，增加了路径的长度，更容易保护试样管

2. 这样，冷却气可以紧贴炬管壁环形进入，提高冷却气的利用率，同时能够让样品稳定在炬管中心，提高样品的离子化率

3. 这样等离子更加稳定,不容易熄火.

#### 一二二、使用 HF 微波消解样品后，由于密闭消解，F 离子没法消除，其后是否 ICP 测定样品时会对喷雾器等玻璃仪器产生腐蚀影响呢？

1. 密闭消解是可以的，单 F 离子对玻璃无腐蚀。

2. 在使用微波时 HF 要少用，它会增加样品的反应速度，能够使反应更加剧烈，如果加入过多，会有安全隐患。微波消化管是石英材料的要特别小心它会与玻璃中  $\text{SiO}_2$  反应，损坏你的消化管

3. 用到 HF 消解的样品在测试时的进样系统都要换吧（含玻璃的进样系统）

4. 只要 HF，消解后一定要赶酸，不然无论多大的浓度都会对进样系统有腐蚀。

5. 可以,但是,必须注意两个问题:

1. 如果不赶酸, 必须采用非玻璃或石英的进样系统.
2. 反复赶酸, 而且一定要彻底. 这样才能减小对石英或玻璃进样系统的损坏.

### 一二三、请教在铅 405.783 线附近有什么元素干扰比较严重?

你这个应该 Fe 干扰比较严重, 其他几个元素应该没什么问题

### 一二四、ROHS 中汞有什么方法消解?

- 1、密闭蒸煮回流
- 2、微波消解

### 一二五、硅铁中的硼元素如何测定? 用什么方法? 一定要有稳定性的

1. 0.5g 样品, 在聚四氟乙烯烧杯中用硝酸-氢氟酸溶解, 加入 (3+2) 5ml 硫磷混酸加热冒烟, 提取于 100ml 量瓶中测定, 标准系列注意基体匹配, 一般情况下, 硼小于 0.005%
2. 0.25G 样品, 聚四氟乙烯坩埚, HNO<sub>3</sub>-HF-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 溶样, 低温赶净 HF, 定容 10ML, ICP—AES 测量
3. 酸溶就可以的, 但是要注意污染

一二六、1、油脂进样系统, 测定植物油过程中, 标样中 As 选定了两个波长, 但结果中只采集到一个波长的 As 的谱线, 为什么呢?

2、拍摄全帧谱图时, 方框中无亮点, 但检测结果中含量却很大, 而且校正谱图后, 结果仍没有相应的变化, 为什么?

另一个谱线不是你的分析线, 你要在添加谱线时将它打上钩, 大概在 map edit 时. 不是在元素表里.

无亮点是因为曝光时间不够, 另外不知道和你没钩有没有关系。

一二七、我知道消解玻璃陶瓷要用 HF 或碱热熔, 估计用 HF 要快, 消解后通过加热把 HF 除去或加硼酸络合 F 离子可进入玻璃进样系统测试。但消解玻璃陶瓷还可以用普通的玻璃仪器进行加热吗? 该用什么仪器盛放来加热? (我消解用的是电加热板)

1. 最好的是密封溶样, 内胆是聚四氟乙烯的, 耐酸耐碱. 温度也可以达到 150 度左右
2. 不能用玻璃器皿, 要用 F4 的器皿
3. 有白烟冒出来就驱除完了

一二八、仪器上测定的试样中含有高硅 (25%)、高锰 (75%) 是否会腐蚀雾化器? 又如何腐蚀?

1. 高硅和高锰应该不会影响吧! 溶解时, 加的试剂会有影响
2. 不管腐不腐蚀 作完样后用去离子水洗 5 分钟可保护雾化器
3. 雾化器是石英的, 如果用 HF 酸溶样一定要赶尽, 每次测完高含量的样品时, 最好洗一下拒管。

一二九、分析过程中突然熄火, 重新点不只着, 我这湿度较大, 咋办

1. 检查下电源和进样装置。
2. 我也遇到过这个问题, 我的是高频发生器的问题, 修了修就好了
3. 1. 请检查氩气压力是否正常。
3. 2. 是否进样管和废液管卡夹位置不同

3. 3. 是否有堵塞或漏气（多个接头都要查）
  4. 我也遇到这个问题,不过重新点后就可以了,建议你重新启动,看看是否能点着
  5. 1.检查一下电压,电压不稳火焰会闪动.观察一下日光灯是不是在闪?
  - 2.火焰上面的排风口有没有歪斜?
  - 3.检查进样系统.废液管是否装反了?内管是否有脏物?
  6. 应该是气流设置问题或着是雾室积水造成不稳定的
  7. 雾室积水问题可能性较大,我原来也碰到过,由于排废液的管子堵塞,造成雾室积水,火焰会自动熄灭。
  8. 先找简单原因:灭火大致有几种可能.进样系统(泵管)漏气;Ar不纯;分析条件设置是否合理;光敏探头的位置;严重一点原因就是仪器元件的事,再试点过程中观察下 IP,EP 的变化来判断出。
  9. 1. 泵夹不紧或雾化器没有顶到位,有漏气!
  2. 仔细观察 IP 电流,点火一般是 005 到 170 左右(短暂)在到 730 左右,再到 550 左右(1150w 下),如果不正常,就要看下功率发生器或者控制电路有没有问题。
  3. 氩气氧含量和水分含量是否超标。
  - 4, 雾化器和炬管不是同心!
- 建议: 1. 可以适当将点火时的功率调高一档,看看!
2. 可以将雾化器稍微旋转一下。

一三零、我是在样品液中加入 0, 10, 20, 30, 50ng/ml 的标液,作完曲线会有一个 result,我想这个 result 里的浓度应该显示的是样品液中的浓度,但是每次我把第一份(也就是未加标液的一份)重测时,所得的浓度和 result 里显示的浓度差别还是比较大,举个例子: Cu, 结果里是 3.16, 作为样品测时是在 2.44-2.59 之间,单位均是 ng/ml,每个元素都是有高有低。而且这个 result 只有在线时看得见,等我关机处理数据时就没有了,此时只能看到工作曲线。

1. 重新测定是会有误差的,不可能完全吻合,特别是低含量的分析,误差有多大要看你的仪器了。
- 至于处理数据的问题应该是你的软件问题.正常的话应该是可以离线处理数据的.把软件的功能弄清楚点.....
2. 转到虚拟状态下

一三一、我现在的仪器做样品不是很准,结果偏低,有没有哪位大哥指点一下

1. 测定不准确一般都是由于你的条件优化没有到位,可以尝试用标准或你的样品来优化你的测定条件
2. 结果偏低的原因可能有以下几个方面,你逐个检查一下吧
  - 1.是不是你的标准不准,偏高了?
  - 2.你的样品溶解完全了吗?
  - 3.你的仪器稳定了吗?(仪器不稳定,做到样品的时候峰位置若是有所漂移的话,结果也会偏低的)
3. 结果偏低很可能是基体匹配没做好。
4. 可能有以下原因:
  - 1 样品处理过程
  - 2 环境条件
  - 3 仪器参数设定

4 是否经过检定，如果没有，可以和国家标准物质研究中心等有检定资格的单位联系。

5 用标准物质优化仪器性能

6 采用合适的方法，如标准加入法\内标\基体匹配等

5.1 校准工作曲线一定要与样品一致；

2 基体的背景扣除要选择好；

3 其它元素的光谱干扰一定要扣除；

4 还有检查仪器的长期精度如何，若采用内标法一般可基本消除该影响。

6.1. 你测的元素是否易挥发？或者是溶解样品、分取、定容中有损失？

2. 测试曲线是否能过原点？线性相关系数是否达到 0.995 以上？

3. 是否做过背景校正？或有干扰元素存在？

4. 通过做合成试样或标准样品校正。

**一三二、标准物质是碳酸钠介质，需要用酸调节吗？还是样品里面也加碳酸钠，以跟标准保持一致？**

样品和偏硼酸锂熔融，后，酸提取，标准匹配，调节仪器条件，即可。

**一三三、我在测不锈钢片状卷料，不锈钢螺钉时用王水都无法消解完全，哎，真不知道那些是什么材料的？大家用什么消解的啊**

你试试用混合酸（200ml 盐酸+65ml 硝酸稀释到 1L 容量瓶中）如果称样量是 0.1g 加 3.5ml 混酸就行了。注意一定要低温加热

**一三四、测 Fe,但不管用多高浓度的标液仪器都没有响应。就是在对应的波长上没有读数。**

1. 如果你的仪器本身没问题，很可能是：

1. 样品没进去

2. 室内环境变化过大，谱线漂移得非常厉害

2. 还是不行的话，把炬管雾化室拆下重装一遍，看看火焰正常吗？

**一三五、如何用 ICP 测定复合稀土中的磷？样品是用硫酸溶解的，我们单位没有微波，只能采取这种方法溶样，其中待测溶液中磷浓度大约为 80ug/L，仪器（PE4300DV）不用氮气吹扫**

1. 很难测，你用 P213.618 试试，注意背景扣除位置。

2. 采用王水，氢氟酸，高氯酸混合溶解。将样品全部打开。之后以 10%硝酸定空。效果不错。

3. 注意溶解的方法,使用硫酸冒烟后半效果较好

**一三六、为什么 ICP-AES 等仪器测试的铬只能是总铬？+3 铬和+6 铬的最外层电子结构不一样，为什么他们发射的特征分析线无法分开或是相同的？**

1. 因为溶样过程中使用氧化剂,CrIII全部氧化为 CrVI.

2. 与价态没关系,ICP 本身就无法识别价态.只要是 Cr 发出的谱线都是一样的

**一三七、用盐酸或盐酸加硝酸溶解稀土硅镁合金最后溶解都不太完全，由于要用 ICP 测硅，不能加氢氟酸，请问用何种方法能完全溶解稀土硅镁合金。**

1. 试先用碱溶，再用酸溶看如何？

2. 用氢氧化钠也可以，稀释足够倍数可以消除钠的干扰。

### 3. 用微波消解

一三八、求助：1. 矿石或土样中的 Au Ag 如何测定？是用混酸消解么？用何种混酸消解会更快，并且污染最小？2. 矿石或土样样品如何采集最科学？

1. 关于矿样中金的测定：

1. 试金富集重量法。2. 试金富集原子吸收法。3. 王水溶样泡沫塑料吸附原子吸收法。4. 稀王水冷清取乙酸丁酯萃取原子吸收。5. 活性炭吸附碘量法。6. 微量金的石墨炉原子吸收法

2. 金需要泡沫塑料富集，硫脲洗脱，用石墨炉原子吸收测定。

3. Ag 国标方法是 DZG93-09 也是有色地质规程的 YD2.3.4-91

采用的是王水介质火焰法测定的。

大致规程如下：1. 称样（精确到 0.0001g）2. 样品的溶解：假设情况：根据样品的含量（200ppm 以内）加入 20ml HCl 加热 5min-目的是去样品的硫防止硫单质对 Ag 的吸附造成结果的偏低。以生成 H<sub>2</sub>S 而挥发出去，控制其体积大致在 15ml 左右加入 5ml 硝酸（这时便形成了王水），加热溶解样品至湿盐状，取下冷却再加入 8ml HCl 2ml HNO<sub>3</sub> 的及适量的水介质来加热溶解盐类。之后稀释定容以待测定。在溶解样品的过程中应根据样品的含量高低来确定加入酸的体积。保证样品的溶解完全。

Au. 采用的国际方法 YD2.3.10-91 活性炭吸附富集来进行测定的。

大致方法：1. 称样。2. 灼烧。3. 样品的溶解 4. 金的富集吸附 5. 碳化灰化 6. 复溶灰化后的载金炭 7. 定容测量。

4. 矿石中的 au 一般是用 1+1 的王水溶矿，然后火焰测，很准的。ag 也差不多，不过不是一次加的，也是火焰做。土壤中的我们是塑料泡沫吸附 aes 测定。

5. 土壤中的我们是塑料泡沫吸附 aes 测定

一三九、测试的样品是色粉，使用了微波消解和湿式消解法（加酸在电炉上加热）两种前处理方法：

测试结果不同：相比之下湿式消解法 Pb 和 Cd 的含量较高而 Hg 的含量教低。Hg 含量用湿式消解法几近为零这好理解，但为什么用密闭微波消解 Pb 和 Cd 的含量反而更低呢（使用了盐酸和硝酸）

另外使用微波消解时考察了加入 HF 和不使用 HF，测定结果也差别较大，使用 HF，HCl，HNO<sub>3</sub> 共同消解测定 Pb，Cd，Hg 的含量都要明显高于只加 HCl，HNO<sub>3</sub> 的测定结果。实验不只进行一次

1. 样品要混匀

2. 如果普遍的微波消解测试值小于湿法，就不是样品均匀的问题！湿法酸用量大，酸不纯可能带有 Pb, Cr! 消解液中酸的浓度对背景也会有影响！

3. 从你说的来说，有两点你要注意：

1) 样品有没有完全溶解，你的样在加入混酸条件下好象是完全消解了；

2) 标准的其体在你这么多测试过程中有没有重新调整过？

4. 我想应该多称样品，以提高均匀性。

5. 1 保证样品的均匀性，可以通过降低样品粒度，在仪器允许的前提下加大称样量

2 微波消解仪的匀场问题，可以用不同的微波消解仪器来比较

3 试验其他的处理方法进行比较，不知道你的基体是什么，可以参考其他处理方法！

6. 湿法消解有可能是污染造成的。铅和镉很容易污染的，特别是痕量的。

7. 玻璃器皿会增加空白，加了 HF 后在转移和定容过程就会把玻璃中的金属离子带入，这都是因为空白，做微量分析是就是要控制空白，试剂都要用塑料瓶装，水用二次水，操作要规范，避



免污染,

8. 最彻底的消解方法是硝酸高氯酸消解,用优级纯的酸就行,空白不高可以扣除啊,只能说明你微波消解得不彻底,带上标物和加标回收可比较

9. 很正常的反应啊。就是同样的式样用湿法,不同的酸对不同的含量有很大的影响,有的元素的灵敏度会下浆很多。一般做 10PPM 以下的式样。试剂一般要严格控制,机体最好一致。不过消解也很还好的,就是现在的东西不太安全

10. 这种问题很常见,主要原因应该是样品没有完全提取或测量时基体不匹配等原因.在 ICP 测定中,水平的高低基本上体现在样品的消解水平和经验.可能你需要多采取不同的条件进行实验,最好能找一个类似基体的标准物质进行方法验证

#### 一四零、有谁知道怎么样洗涤装凡士林的玻璃器皿

1. 先清除表面油迹,在用乙醚与无水乙醇 3: 7 混合,倒入瓶中 1/5 处摇晃,三至四次便可以了.这个最干净.也可用温水加洗衣粉多次洗涤。

2. 油污类的可以用碱性洗液或有机溶剂来清洗,其它类的大部分都采用  $K_2Cr_2O_4.H_2SO_4$  洗液来完成的

3. 70%乙醇加适量的日用洗涤剂就可以

4. 用有机溶剂浸泡多次,最后可以用铬酸洗液清洗

#### 一四一、今天在做样的时候,没注意到废液管没有出液。雾化器积了大量水,拆了看管路也正常。会是气路导致的问题么?我用的是热电的仪器

1. 废液管有没有安装正常?我也遇到过,当时是废液管破了

2. 废液管没有出液?检查排液管是否畅通;检查蠕动泵的压下量是否正常;检查排液管在蠕动泵上安装是否正确。和气无关

3. 热电 ICP 的泵管的橙色管是进液的,通常在上面;而红色管是排废液的,通常在下面;拿过来对比一下可以知道红色管的内径较橙色管是粗一些的。

调节泵夹的压力扳手使蒸馏水完全停止流动再紧一格就是进液的最佳压力了。

调节废液管泵夹,使其压力稍大于或等于样品管压力即可注:泵夹压力设置错误会导致分析质量变差。如果太松,由于部分样品自由吸入将造成结果漂移;如果太紧,来自泵管的脉动会使分析精度下降。

原因 1.主要怀疑是红色管的压力设置不当;

原因 2.雾室底部的连接是否正常?有无堵塞?

原因 3.在仪器处于停机状态开机时进行气体自检时没有夹死泵夹,而进样管仍在载液中,此时的雾化系统是处于工作状态的,当然会吸入载液造成积水现象。

#### 一四二、ICP 测定含有百分之二十乙醇的样品总是熄火,如何解决。对含有的样品怎样处理

1. 你可以降低雾化气体流量,增加 power 试试。

2. 改变测量条件,采用有机样品进样系统,提高功率,减少进样量(降低雾化气流量),再有就用水稀释乙醇溶液,总有一种办法能用的

3. 也可以想法将乙醇除去后测定

4. 蒸发应该可以很容易除掉乙醇吧

5. 将乙醇低温除去。加酸溶解盐类

#### 一四三、我用 ICP 测钠时,我们的使用人员告诉我,低功率比较好,因为 ICP-MS 测钠时用的

也是冷焰,但有一天,当我把功率调到 1150 时,我发现信号比 950 时更好,不知为什么,其他条件相同

1. 我试过,减小功率和提高辅助气流都会提高零敏度的。我的平时用 1300,测钠 850 都可以
2. ICP 测 Na 使用低功率较好,同时观测高度应降低。选择高功率,背景噪声也会增强,还是选用低功率,750W 的检出线要好于 950W 的。你可以试试看。

一四四、我想请问大家一下:我想做聚醚中的硅含量.用碳酸钠熔融法,但是在做完后发现坩埚内壁有一层棕红色的东西,我用酸煮,有碱煮,都无济于事.而且在此之后我还测了一下空坩埚的硅含量(平行五次),即试剂空白,发现其中含量很高,并含量不等.我想是不是坩埚没有处理得当.

1. 你可以考虑用氢氟酸处理一下。
2. 还可以用混合溶剂(纯碱+四硼酸钠),
3. 加氢氟酸加热处理,效果很好,使用氢氟酸时千万小心,别溅到手上.
4. 一般用焦硫酸钾煮,建议你滴加 HF 后再发高氯酸,再用它煮,注意,有机物没有破坏之前不可以和高氯酸接触,要不会爆炸的。  
你说的那个式样,我想先烧下再用混合溶剂估计效果比你那好,你的式样估计 SI 析出了,测量会不好的,也有可能是溶剂不纯
5. 我们的都是拿盐酸煮的

一四五、公司有一种粉体产品,含大量碱性原料,如 NaOH、Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 等,也含有 Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (约 4-6%),我稀释并酸化到 P 约 10ppm 测定,但结果稳定性很差,越测越高。请问有什么方法准确定量之?是否基体浓度太大,磷会逐渐下沉导致结果偏高?磷标样如何配制?

1. 不知到你选的是哪根谱线。如果是 178 左右那条线,驱氩气时间不充分的话,做到后面应该会越做越高的,因为越到后面,光室的空气越少,对远紫外的吸收越弱,发射强度就越大,读出来的浓度结果就越高。
2. 可以酸化后,加阳离子树脂将主量元素弄出去后再测

一四六、溶解硫化铜样品该用什么酸?

1. 矿物一般都用王水啊,先用逆王水处理,再用王水溶解
2. 先用盐酸除去硫,之后加王水消解
3. 你也可用热的稀硝酸试试
4. 硫化的矿物得先加入 HCL,让 S 以 H<sub>2</sub>S 形式逸出,否则 S 会 Cu<sup>2+</sup> 产生吸附造成结果的偏低,在保证样品小于 0.076mm 的情况下之后在加入王水溶解样品,同时还要加入适量的 HF (有矿物包裹)高氯酸.
5. 用少量水润湿,加入 10mL 盐酸,盖上表皿,置于电热板上加热数分钟,取下稍冷。加入 10mL 硝酸(如析出单体硫,加入 0.5mL 溴;如试样含碳量较高,加入 2~3mL 高氯酸),置于电热板上加热使试样完全分解,继续加热蒸至近干。  
注意:先加盐酸溶解,是为了使大部分硫转变成硫化氢被赶走。不宜直接用硝酸或王水溶解。

一四七、校准锰的波长的时候,无论曝光时间设为 1~8 秒,还是 10 秒,30 秒,拍出来的图都是长方形的亮块,不想其他元素都是很明显的光斑。不知你们设定的曝光时间多少秒呢?

你的锰标液的浓度太大了,用 1ppm 的试试,不行再稀释,曝光时间 5s.

**一四八、我想请教一下:关于 BEC,和检出限的校正步骤.我做出来的数值都是 0.00ug/ml.我问过厂家工程师,他们说这样的数据是不对的。BEC 应该小于或等于 0.04,而且检出限也不应该为 0.00 呀.我想请问你们是如何校正的.**

你作的当然不对。我认为你的失误应该在小数点后位数设定的太少,毕竟作的步骤一般不会错,往往是这些细节,而且你的结果显示 0.00,才二位。。作检出限就应该设定位数多一点,尤其你作较灵敏的元素。从你的结果推测, BEC 和 DL 都很低,说明该元素是比较灵敏的,应该是到 ppb 级,而且干扰很小,所以你应将小数点后位数改为 5 或更多,再试试

**一四九、我们客户要求我们产品中铜的含量是 100PPM,而我们在 ICP 下测试出来的结果是 110PPM,所以我想请问各位大侠是不是说我们测试出来的 110PPM 就一定是这个数据呢?会不会有一个允许偏差的幅度在里面,比如说 90PPM 到 110PPM 都是在以中心值 100PPM 为基准上下浮动的允许偏差内?如果没有这么大的偏差允许,那么在 ICP 测试下,它的数据允许的最大误差范围又是在多少?**

1. 检测含量只要不是特别接近检出限,一般是小于 1%,好的情况可达 0.5%以下。但 ICP 测高含量的元素结果不是很好,如果你的样品溶液中 Cd 含量大约是 100ppm,建议稀释 10 到 100 倍再做。如可能的话买一个质控样,这样至少可以保证你的样品溶液的测量结果不会有问题。
2. 任何测试方法都有一定的测试误差,或者说是 uncertainty。同样不同类型的测试样品又有不同的质量要求,各行业都有明确规定,在什么含量范围内允许多大测量误差,可根据有关规定向用户作出解释,但千万不要忘记“测试”属服务行业,满足用户需要是第一原则。
3. 对于此问题,关系到很多方面,前处理方法的不同,检测仪器,不同的操作者,都会存在,如果你不能确定你所得到的结果数据,你可以做几个平行样进行分析,或与同行进行对比。你们客户所要求的,应该是提供第三方检测机器的数据吧。
4. 引起误差的原因很多,首先应查看样品结果重复性是否良好,这是保证测量测量结果准确的前提.其次标液的配置,溶样过程,不适合的仪器条件均可影响结果。

**一五零、1.目前我司实验室购买的 100PPM 标准溶液,然后再根据测试实际情况配所需 PPM 的标准溶液,请问自己配的标准溶液是否需进行确认或批准?**

**2.对于氩气气压应如何控制?我司实验室操作员说 ICP 仪器对此气压有防错功能,如气压太低或太高,仪器不能启动测试?不知此说法是否正确.**

1. 关于标准溶液,我想稀释后的不需要认证了,除非你们有特殊的要求。关于气压,仪器内部是有控制,有一定的范围,过高或过低都进行保护。

2. 标准溶液的问题:不需要。

气压的问题:在氩气出气口装一个分压表来控制进入仪器的分气压,这样仪器更安全。

**一五一、ICP-AES 测定水样中的钙时,高含量的磷是否对其产生影响?**

1. ICP 可以选择合适分析可以避开干扰。样品加入更多酸,使得不会生成磷酸钙沉淀,所以 ICP-OES 还不会产生大的干扰。但是原子吸收肯定是使结果偏低的。
2. ICP 测定 Ca 的检出限为 0.002ug/ml,你可以将水样酸化、稀释后测定,选择合适的谱线,磷是不会干扰钙的测定的。
3. 磷是不会干扰的,但是磷酸根会干扰,可以加入 EDTA 络合剂,使之生成 EDTA-Ca 络合物,它在火焰中易于原子化。也可以加入 La 和 Sr,它们与磷酸根离子结合而将 Ca 释放

出来。

4. 加入 EDTA 是不错的方法.钙与磷酸根生成沉淀的磷酸钙,造成钙结果偏低,加入 EDTA 与钙生成的稳定的络合物避免了沉淀 的生成.

**一五二、使用 ICP 检测水中的偏硅酸，我们检测值总是不稳定，不知应该有什么主意事项，请各位大侠告知。**

1. 溶液加入酸液时要缓慢的加入和低温下加入,以防硅胶体析出影响结果.
2. 应当保持一定的酸度，防止硅胶的生成

**一五三、在测试过程中紫外区的相同样品强度呈上升趋势,可见区样品相同样品的强度值呈下降是什么原因？**

主要是此波长段样品对光的吸收反映

**一五四、ICP 棱镜的作用是什么啊？就是中阶梯光栅&棱镜的配合时棱镜的作用？**

1. 预色散,配合光栅进一步提高仪器的分辨率!
2. 在全谱 ICP 中，中阶梯光栅配合棱镜起到二维色散的作用。
3. 棱镜做为色散元件放入光谱仪的成象系统中,可能会引进额外的象散,即一光点不能聚焦成一点象,而是成为两根在不同的距离上相互垂直的线段.

当满足 1,棱镜为平行光束所通过;2,狭缝与棱镜平行;3,光线与棱镜的主截面(与棱镜边垂直的平面)平行;4,光线对称地通过棱镜,以最小偏向角通过棱镜时引进的象散最小,而且谱线最清晰.

4. 谱仪的色散率取决于光学元件的特性。常见的光学元件有棱镜、衍射光栅等。使用最小偏向角的棱镜的优势在于象散被消除后可获得最佳分辨率，而且冷静表面上反射率很小，减少杂光。

**一五五、弹簧钢怎么消解？其中含 C:0.6 % Mn:0.8% Si:2.0 % W:1.0% 还又有 Cr,Mo ,V 等元素。用 ICP 分析 Mn, Si ,W ,Cr.**

1. 用王水，碳是不溶的，不影响测试
2. 用 1 号酸
3. 最好用微波消解。
4. 硝酸+双氧水

**一五六、不知道各位大侠在检测过程中有没有遇到检测结果值发生漂移的问题，或者有时响应值突然下降，请问可能是些什么原因造成的。**

1. 最大的原因还雾化系统引起的表现严重一点!
2. 电网电压、功率的稳定性、氩气的纯度、雾化器是否堵塞等都会对稳定性有影响。

**一五七、如何用 ICP-AES 测定锡矿石中的 Sn**

1. 等离子体条件设置很重要;还要防止样品的水解问题.
2. 把固体制成液体，根据要求进行分析
3. 除去硅后,碱熔消解,酸化后测定

**一五八、请问 ICP 的混合标准怎么配制，应该注意什么问题？**

1. 各元素之间不会发生化学反应或对某些产生贡献值.

2. 应根据元素的性质进行确定
3. 用稀酸作为母液。硝酸效果比盐酸好，推荐用 3%得酸。住一个元素之间的贡献值。配制时。仪器最好用浓的硫酸或重铬酸钾洗。再用乙醇洗。保证没有杂质。再配制
4. 把各个不同浓度的标准溶液加到同一个容量瓶里的，最后用 5%的盐酸或硝酸定容即可。注意，各元素之间要不相互反应。
5. 我们的配制方法是：  
Ag,Tl 4.5%HNO<sub>3</sub>  
Be 2%HCl  
K,Ca,Na,Mg,Al,Fe Mixed Acid(36mlHCl+36mlHNO<sub>3</sub> 定容到 1000ml)  
As,Cd,Cr,Cu,Pb,Ni,Zn,Sb,Se,Mn,V,Sn,Mo,Ba,Co Mixed Acid(36mlHCl+36mlHNO<sub>3</sub> 定容到 1000ml)

所用水均为 Milli-Q

#### 一五九、电感耦合等离子体中的耦合是什么意思？是一种物理术语吗？

1. 不是物理术语，很多场合都用。一个很热的中文词汇，就是“结合与集成”，比结合多了“内部相互作用”的含义。  
对应英语主要 couple,combine,integrate.
2. 耦合：在 ICP 中，是高频电流通过线圈产生高频磁场，使 Ar 气电离产生的电子碰撞形成趋肤效应的电流，从而加热气体，形成 ICP 火焰，因为两者之间的联系是非接触的磁场方式，称为耦合。

一六零、这个星期前两天，我做了大量的有机样品，测试过程中，不明原因的熄火两次，但之后都能重新点燃，继续测试，火焰也比较稳定。因为有几样品的缘故，所以中心拘管壁上有少量积碳。之后，地质系的人连续测了三天他们的样品，我不清楚他们具体的样品。但今天我想再用仪器时，发现只通去离子水时，居官尾部的尾焰很细，很淡，当我拿标准品测时，同样浓度的标准品，发射强度只有我之前测的十分之一，而且电脑窗口里，不显示峰形。请问是不是因为哪里堵了，而使得样品很少，或根本没有进入居官啊？我把拘管拆下来检查，发现居官就是比较脏，但没有堵。另外，我发现，连接中心样品管的 teflon 管的末端，形成一圈黑色物质，不知道是其融化，还是什么样品外溢造成的。

1. 我觉得你应该先把炬管清洗一下，相连的管路也清洗或更换一下，再试试看。
2. 熄火是功率不足导致的,可以加大功率,是发射强度不是吸收强度
3. 把炬管清洗一下,扫除积碳,再看看清洗一下物化器
4. 清理炬管和整个进样系统

一六一、手头上有一个涂料样品，不知道它的成分，但想把它溶解掉分析其中元素成分，试过用酸（包括王水），乙醇，丙酮和甲醛溶解，并进行过加热，结果不行。在此请教如何溶解这类样品？

1. 用苯、硝基苯、甲苯、丙酮的混合溶剂。
2. 涂料中可能含有石灰之类的无机物。用一种方法无法全部溶解
3. 少取点样品,各种酸,包括(硝酸和盐酸,氢氟酸,高氯酸等)都可以试一下,如果难溶,还可以考虑微波消解或加压.
4. 涂料主要成分是有有机物，可以先用浓硫酸炭化一下
5. 不知道你的样品是固体还是液体，如果是液体，先加热，一直到样品变为固体为止，再

用 1: 1 的 HNO<sub>3</sub>: HClO<sub>4</sub> 加热溶解。如果是固体, 直接用 1: 1 的 HNO<sub>3</sub>: HClO<sub>4</sub> 加热溶解, 但是千万要注意安全, 加热不能太猛太快。因为你不知道样品主基体是什么成分。

6. 如做金属, 可先用浓硫酸炭化, 再加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>。

7. 可能含钛, 加 HF

8. 如果是液体。建议先把它烘干。是固体就不用了。你不管是什么式样都放到炉里烧。这样是有机也没有了。当然温度的选择你要自己把握。

烧好了就用硝酸破坏。记住。如果硝酸变黑一定不要加高氯酸。

**一六二、一直在做高纯铜中杂质的定量分析, 从外面买来的是 5N 的铜板准备分析其中 Ag Fe Ca Mg Ge Ce As Bi Cr Ni Pb Sb Sn Zn。由于基体干扰太大准备用基体匹配法和共沉淀法试试, 不知道是否可行**

1. 1、基体匹配: 可以用, 但如此高纯的铜, 如用基体匹配法, 恐怕基体不好找。

2、标准加入法: 比较简单可行。

3、电解除铜后测定: 可行, 但银除掉了。

4、共沉淀分离: 带进去的杂质太多。

2. 个人认为还是采用标准加入法好一点, 高纯铜的基体不好找, 就是找到了分析测试成本也太高。同时尽可以有的少用试剂。

**一六三、ICP 扣除背景有什么用?**

1. 当背景的发射强度随样品与样品的不同或样品和标准的不同 (由于成分的变化) 而发生变化时就需要背景校正。连续发射或翼拓展可能造成背景强度的变化, 样品的不同也会导致背景干扰。

相同含量 (同是 1ppm 的) 不同基体的同元素谱线可能强度峰高就不一样如不进行背景校正, 则峰高和含量就不对应, 而扣除背景后的净峰高 (净强度) 就相同了, 对应的含量才相同。

2. 你可以分析样品与曲线扫描的图谱分析, 然后采取是否扣除背景, 不是任何测试都得扣除背景。

3. 不同的元素都会因多种原因造成 "贡献" 干扰的 (干扰信号所产生的强度造成分析元素的谱线强度的变化), 这就需要采用背景扣除的方式来进行校准。

4. 谱线背景会对定量分析产生干扰, 这种干扰属于光谱干扰, 如果分析时不将其从表观信号中扣除, 就会使分析结果偏高。

**一六四、ICP 测试仪的点火装置打不燃火, 主要可能有哪些原因?**

1. 各种线是否都连好了。

2. 气不纯。

3. 点火的装置位置是不是过大

4. 有没有进水

5. Ar 纯度?

6. 点火头位置 (紧靠炬管标志红线) 和工作是否正常 (放电声)??

7. 炬管位置?

8. 进样系统漏气?

9. 工作参数设置?

10. door 的指示状态?

11. 等离子体控制面板上是否有非正常指示?

12. 联机状态?

13. 如果有高频发生而火焰不能持续,我认为气路或气源的问题可能性最大
14. 冷却循环水的问题也要考虑一下
15. 风压开关
16. 雾化系统密封性,雾化器是否积水等也要检查。
17. 还要记录下 ip 值以供判断.
18. 我也经常碰到点不着火,后面检查发现主要由于点火装置没装好,还有中途灭火点不着是因为炬管中有水
19. 室内湿度大也是一个可能的原因之一

**一六五、对蠕动泵的进样软管进行更换,但没对蠕动泵的废液软管进行更换,这样行吗?要同时更换吗?会对测度结果产生什么影响呢?**

1. 废液管只是用来排放废液的,只要不堵塞或不影响废液的正常排放就可以不换,对测量不会造成什么影响.
2. 排液管对结果影响甚微,进样管对结果的影响较大;如受泵夹压力,老化等等.

**一六六、用 ICP 测试机油中重金属,该怎样做前处理?**

1. 乳化剂稀释直接进样
2. 热灰化
3. 硝酸溶解
4. 如果你的 ICP 是垂直火炬,可以利用有机标准样品建立曲线,直接进样分析得到结果.很多地方都是这么用的,节省了一大步.

**一六七、选择扣两点仪器自动扣背景的话,发现仪器自动扣的背景两边都一样的值。对波形比较好的光谱还好说,对复杂的光谱可不能这样吧。人工选的话要么单点扣,要么左边扣多少右边扣多少,好像是比较需要经验。请教扣背景点选择的一些经验和原则?**

- 1、扣背景位置应该在尽可能平坦的区域
- 2、背景位置应尽量远离谱峰,从而不影响谱峰起始和终止翼。
- 3、可以选择单点扣除
- 4、高含量谱线和低含量谱线受的干扰有时有差异,需要结合了看。

**一六八、ICP-OES 中方法设置?**

1. 需测量元素典型谱线选择
2. 各谱线参数设置
3. 单元素谱线寻峰
4. 混标低标
5. 混标高标

**一六九、高温合金 GH128 和 GH4049 如何消解?**

看 W 和 Mo 的含量而定硝酸盐比例:

W 和 Mo 的含量小于 3.0%用 1+3

W 和 Mo 的含量小于 5.0%用 1+5

W 和 Mo 的含量小于 8.0%用 1+10

W 和 Mo 的含量大于 8.0%用 1+12

### 一七零、Fe 对其他元素干扰大,特别是铅,有什么好办法可将铁和铅分离呢?

1. 与硫酸根反应为: $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ;  $\text{PbSO}_4$ (其为沉淀),在将  $\text{PbSO}_4$  沉淀处理复溶解后测量。其它的酸都可以:如王水、盐酸等等。
2. 用络合物把铁遮蔽了。胺类络合物可行。
3. 有方法用 EDTA 来进行掩蔽, 或者用 MIBK 作萃取, 不过要看浓度多少的, 有一定允许量的, 如果铁是作为基体的话, 那还是改用体系, 不要用 AAS 作, 比较麻烦的, 可以用 UV-VIS 作直接测定

### 一七一、我的 ICP 分辨率是 0.006 (200nm), 这是什么意义? 是指什么元素 200nm 处的半高宽吗?

1. 这是根据瑞利准则得出的。

$$\text{分辨率} = W(\sin a + \sin b) / r$$

W--光栅总宽度

a--入射角

b--衍射角

r--波长

一般来说, 光栅作好后, 这部分都是固定的。这里是指在 200nm 波长情况下光栅的理论分辨率, 与元素无关。

2. 共有三种分辨率设置: 高、正常和低。所选的选项将设置狭缝宽度, 并影响检测器的读数方式。

选择“低”提供最低的分辨率。狭缝宽度最宽, 并且检测器子阵列中的每个像素将被作为整体进行读取。此选项使所有元素的灵敏度都达到最高, 但其抗光谱干扰的能力非常低。

选择“正常”可以为大多数应用提供灵敏度较佳同时抗光谱干扰能力较强的分辨率。狭缝宽度使光谱带通的宽度等于一个像素的宽度, 并且检测器子阵列中的每个像素均将作为整体进行读取。

选择“高”可提供最高的抗光谱干扰能力, 但其灵敏度比“正常”和“低”都要低。狭缝宽度最窄并且检测器子阵列中的每个像素将作为两个单独的半像素进行读取

### 一七二、有几次我们的机子都是做了一半就熄火了。继续点火后又正常到实验结束。有时候要点上两次才可以做完实验。我都不知道为什么?

1. icp 中途熄火, 这要从 icp 形成的等离子体过程去分析, 一般来说, 点火时设备提供的功率最大, 可以保证 Ar 的电离充分从而有助于形成等离子体火炬, 但正常工作时, 设备的功率一般都是最大功率的 80%左右, 而且为了保证输出功率的稳定性, 都加了功率反馈, 这样在测试过程中, 进样的溶液如果不均匀或有空气进入, 可能会局部加电离, 因为等离子体与高压方面是通过线圈耦合的, 这样等离子体电流加大, 将影响功率调节, 功率调节将出现误判, 通过反馈, 自动降低输出功率, 因为溶液只是一时现象, 而功率的调节确是实时的, 当将功率调小以后, 而溶液确恢复正常, 此时因 Ar 气电离成分不够, 不能维持等离子体, 从而熄火, 因此在熄火后须及时关高压, 否则容易出问题。
2. 光源电路工作不稳定, 电路的温度参数问题, 下次开机前先想办法把光源部分预热以下。
3. 简单说就是由于等离子和高压耦合, 所以任何使等离子体不稳定的因素(包括试样不均匀等)就会熄火。

### 一七三、今天做一个样品有机物含量比较高, 炬管就自动熄火了。为什么会这样呢? 水样



在消解的时候应该注意些什么呢？

1. 有机样品分解时需要更高的能量，如果功率没有改变就容易熄火。有机成分较多时，适当加大功率。
2. 换有机进样系统吧，加大功率也不一定能够解决问题，大分子的样品可能需要前处理。直接进样分析不熄火才怪。
3. 增加 RF 的功率;降低雾化压力;增加冷却气流量可适当的缓解!

一七四、teva 说明书中说到:

在选择背景位置时，应遵循:

- 1) 将背景位置定在尽可能平坦的区域（无小峰）。
- 2) 将背景位置定在离谱峰足够远的地方，从而不受谱峰两翼的影响。
- 3) 左背景、右背景以及左右背景强度的平均值尽可能与谱峰背景强度一致。

问题 1：所谓离谱峰足够远有什么更好的解释？

问题 2：谱峰背景强度在那里可以看到啊！？

1. 足够远是指扣除左右背景的计数点位置远不足以受到分析元素谱峰的干扰（表现在对背景值的抬高的避免）
2. 双击每条谱线的结果值出现 subarray 谱图时观察打勾框的 right blank 和 left blank 会显示出左右两侧各自的背景强度值的。

一七五、一般加标液回收，偏差在多少范围可以说回收效果好？

1. 90-110
2. 有时也要看含量范围,微量的可以偏差大一些.
3. 对于用一些成熟的方法测定稳定的元素，如很多分光光度法（如测铬），原子吸收法测水中稳定金属离子（如铅、铜等），加标回收一般在 95-105%比较好，如果是气相色谱法测有机物，有些回收率能达到 75-125%也是可以接受的，这要看是什么方法，什么元素，具体情况具体分析。
4. 85-120 之间,95-105 最好!

一七六、ICP-AES 运行的时候除了氩气,还需要什么气体吗

1. 需要的气体种类除氩气外，其它一般还可能用到两种气体：  
一、氮气：用于吹扫光室或者干燥检测器（只有中阶梯光栅需要）  
二、氧气：对于能够直接进油料及有机物样品的 ICP，一般还会用到氧气用作辅助气，主要目的是使有机物中的碳氧化变成二氧化碳，避免在炬管上积碳及 C-H 谱带干扰。
2. 在 ICP 中采用氩气是最为常见和常用的,因为 Ar 属单原子的气体不同于 N<sub>2</sub>.O<sub>2</sub>,虽然后两者都同样的可以形成等离子体,但需要很高的 RF 功率才能支持形成稳定的等离子体焰的.对于分析来说是不利的.  
CN-带形成的干扰也可以采用加装炬管延伸管有一定的效果.

一七七、在做 ROHS 的过程中，有些电子元气件要用到 HF+微波消解，但是用 ICP 检测时经常测不准，怀疑是 HF 酸的干扰。怎么才能消除和避免 HF 的影响请大家给个主意。

1. HF 会腐蚀玻璃质的雾化器和中心管,必将损坏有关元器件、并使工作参数发生变化。此时宜改用耐 HF 进样系统。我单位的耐 HF 进样系统之检测灵敏度要较常用备件差些。
2. 如果不是耐 HF 的雾化器会对雾化效率造成严重的变化以至于损坏掉的.建议将 HF 赶尽后采用或用耐 HF 的雾化系统.

### 3. 也可以加入硼酸饱和之后测定

一七八、点火几分钟,就发现炬管烧了个口子(像碗打缺了一块一样~~)把线圈和炬管调整好,换了个新炬管~~运行了大约 15 个小时~又发现同样的位置被烧缺了~~?大概是什么原因?

1. 炬管是不是原厂配件? 是否存在本身质量问题?
2. 工作功率是否正常? 是否是功率控制板失控, 造成功率超出安全范围?
3. 是否不同心?
4. 是否冷却气体的流量不够? 是否管路连接有漏气现象?
5. 氩气未冷却到, 与配件无关, 检查冷却气体。
6. 冷却气和辅助气流量的问题. 设置太小
7. 你的抽风不够, 在上面加个排气扇就不会了
8. 如果你的 ICP 是垂直观察的, 最有可能的就是你的炬管不同心, 不会是氩气的问题, 因为你是偏烧。  
如果 你的 ICP 是双向观测的, 如前面的兄弟所说, 可能是你的排风不够。但也不能排除是炬管本身质量的问题。
9. 是否 RF 功率过大或是冷却气的流量过小或是辅助气未能将焰炬托起?

一七九、陶土样品的溶解方法, 主要成分是氧化铝和二氧化硅, 用碱溶解好像不行。还有, 如果外面样品外面包覆了一层有机物, 该怎么溶解呢?

1. 采用微波消解; 如果有有机物, 灼烧后消解
2. 可以用高压消解罐加氢氟酸消解, 之后加硼酸饱和之后测定
3. 用硫酸: 磷酸 (1: 1) 在电热板上高温消解, 很好溶, 我昨天才做了的。不过要尽量蒸干后用稀酸定容, 大约要 1 小时。

一八零、我无机玻璃用 HF 消解后在 ICP 上测试 (稀释到 100ML), 发现外围火焰呈红色, 火焰长, 接近炬管, 害怕烧了炬管。

而波长扫描结果后发现 1 PB220 背景很高, 峰型不太规则 (峰高两翼有波浪型干扰), 测试结果 1PPM 的 Pb. 2 CD226.502 和 CD228.802 没峰型, 但在 CD214.438 有较规则峰型, 在 226.510, 226.810 处有很规则的峰型, 背景也很低, 不知道样品到底有没有 CD 呢?

我想知道: 无机玻璃是否是高盐样品 (我的无机玻璃是无铅的, 是什么高钡料玻璃), 对这样的样品应该如何测试 (稀释更大倍数?) 如果是高盐样品, 高盐基体对铅等测试的影响有多大? 会不会偏差太大? 另外, 我想知道 226.510, 226.810 是什么元素的干扰峰?

1. 建议玻璃消解后将溶液蒸发至近干, 再用稀硝酸酸化定容再测试, 效果或有不同。
2. 如果是玻璃样品可以将 Si 元素分离掉以减少盐份. 可以采用生成 SiF<sub>4</sub> 或硅酸的沉淀分离的。
3. 蒸干的目的是除去试样中大量的 Si (以 SiF<sub>4</sub>) 形式挥发掉, 另外也是为了去掉过量的 HF, 这样你的试样可以不用耐 HF 酸进样系统直接测试。

一八一、ICP 点不着火的原因?

1. Ar 气的纯度
2. 点火功率
3. 功率匹配
4. 点火枪

5. 有些设备的一些保护措施是否完善。
6. 另外,氩气压力偏低; 雾室积水; 炬管葬; 抽风机排气量不足等均可造成点火困难重重。
  - 1: RF 功率多大???
  - 2: 蠕动泵进样管是否漏气?
  - 3: 等离子体点火前净化时间??
  - 4: 高频放电点位置(点火头)???
  - 5: Ar 纯度???
  - 6: 室内环境???
  - 7: 抽风机>30m<sup>3</sup>/min????
  - 8: 0.5~0.8MPa?????

#### 一八二、润滑油添加剂生产中带入了含氯成分, 请教含量测试方法?

1. 可以采用有机氯的测定方法。在纯氧气氛中, 以 NaOH+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 为吸收剂, 滴定法测定
2. 可以用过氧化氢和少量硝酸密闭氧化分解样品, 冷却后(避免出现 HCl 挥发), 调至中性, 用离子色谱测定
3. 可以采用微库仑计法, 标准名称为《原油中有机氯含量的测定》, 标准号为 GB/T18612-2001 和 ASTM D4929-1994。

#### 一八三、请问各位大侠, ZCuSn10P1 如何消解? 我用 1: 1 硝酸消解时, 产生白色不溶物。主要成分: Sn 9.0-11.5 P 0.5-1.0 Cu 基体

1. 应当是锡的水解产物或者锡的氧化物吧
2. 先加盐酸, 记住不要加热, 等待一会反应就会很剧烈, 放热反应, 待反应平缓时加入过氧化氢。反应一会儿加热到大气泡, 分解多余的过氧化氢就行了。
3. 里面有 Cu 和 P 最好采用硝酸的体系或是王水来溶解。Sn 最好采用硫酸来溶解! 所以采用硝酸混酸或是王水硫酸的混合酸
4. 白色的沉淀是水合二氧化锡, 俗称贝塔-锡酸, 主要是锡和比较浓的硝酸产生。此玩意儿不溶酸也不溶碱, 一般来讲锡建议用盐酸或者硫酸来溶解。如果一定要用硝酸或者王水, 纯锡我是这样处理:  
先在 0.1 克试样中加 5 毫升左右水, 然后滴加 1~2 毫升王水, 微热 1 分钟后取下。放置溶解, 这时锡不会有沉淀, 但这个会随你加酸和水的量以及你微热的温度及时间紧密相关。得多试, 经验多了就问题不大了

#### 一八四、这两天我的机子一直点不着火, 一点火星也没有, 不知道怎么回事了, 氩气都是高氩, 气都冲掉了二瓶了还是点不着。各位帮忙分析一下会是什么原因呢?

1. 首先, 检查一下是否露气(外部和内部), 特别是和炬管连接的三个管子的连接口那里, 其次, 拆开外壳, 先看一下里面是否有地方断路, 再看一下有没有地方烧了, 第三, 在仪器的软件操作界面上, 查看仪器状态是否全部 OK, 那里不 OK, 再有目的的找原因
2. ICP-AES 点火其实有 3 个过程。
  1. 通氩气,
  2. 高压脉冲电离氩气。
  3. 上高压, 最大功率出点燃, (配合功率匹配) 然后切换到测量样品的功率。
 如果你的设备是手动的话, 按以上步骤。  
如果你的设备是全自动光源的话, 那就要看控制元件的工作是否到位了。

### 一八五、斯派克的 ICP 具体能够检测哪些元素？

全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪

产品型号：SPECTRO CIROS VISION

具采用专利的密封充气紫外光学系统和 OPI 水平观测等离子光学接口完成消除水平观测时尾焰的影响、全谱 CCD 技术和多视角等离子体定位等新技术，有高灵敏度、高精度以及波长范围宽（120nm-800nm）

主要特点

- 1.一维色散+22 个 CCD 检测器设计，检测器无需超低温冷却，无需氩气吹扫保护
- 2.全波长覆盖，唯一为 120—800nm 的波长范围，唯一可以分析 ppm 级卤素
- 3.专利密闭充氩循环光路系统，检测 190nm 以下谱线，无需气体吹扫
- 4.3 秒实现全谱扫描，分析速度最快
- 5.所有气体流量采用质量流量计计算机控制，矩管位置 3 维步进马达计算机控制自动化程度高

具采用专利的密封充气紫外光学系统和 OPI 水平观测等离子光学接口完成消除水平观测时尾焰的影响、全谱 CCD 技术和多视角等离子体定位等新技术，有高灵敏度、高精度以及波长范围宽（120nm-800nm）等特性，在 ICP-OES 领域开拓了全新的应用，可分析包括 ppm 级卤素在内的 73 个金属和非金属元素。

### 一八六、这段时间发现测试数据越变越小,ICP 的发射强度越来越小,有哪些原因能造成其强度越来越小啊？

1. 看一下背景有没有一直上升，我遇到过一回是雾化器有点堵导致的，先彻底清洗一下进样系统看看。
2. 有很多地方会引起强度减小，进样气的流量，检测镜是否干净，进样管是否堵塞，进样的泵的泵速是否合适；标样配制的是否准确等等
3. 还有一个原因，波长是不是偏了

### 一八七、我需要测定土壤中的易溶盐含量，钾离子，钠离子，钙离子和镁离子，称取 100 克样品，加 500 毫升水，泡了 2 周，但是溶液还是混浊的，我想用 ICP-OES 测定，过滤后不加酸直接上机测量，请问可否？酸效应有影响么？

混浊溶液不能直接进行 ICP 测量的。必须要经过离心分离或过滤处理后以清液进行测量，否则会造成雾化器的损坏！

泡了

易 泡刮 泡了

一八九、配的溶液浓度在 0.01-0.1ug/ml 之间，线性很差，相关系数均小于 0.98，是什么原因？是不是没有优化仪器条件导致？

你做的含量比较低，要注意溶液配制过程的问题，做 ICP 的，前期处理比测量还要重要。你看看标准溶液测量的原始强度梯度怎么样。最后还要注意你的 0 点，对于你这个测量范围，0 点非常重要。

一九零、等离子发射光谱的敏感性迅速衰变，在两天之内，强度衰减从 800k 到 1400k。怎么解决？

- 1、功率
- 2、载气流速
- 3、负高压
- 4、选用的分析线
- 5、炬管高度
- 6、冷却气和辅助气的流速
- 7、积分时间等等

2. 怀疑是样品溶液方面导致的问题方面：溶液是否澄清；

仪器方面：因溶液中有悬浮颗粒或胶状絮状物的存在会导致雾化效率严重变化，进而导致强度值在短时间内迅速降低；进样系统泵管压力设置的问题，由于进样管的老化程度会造成“自由吸入”或“脉动式”进样而影响雾化效率的变化，这两点在强度迅速降低表现中是最为常见和主要的原因。

其它方面：激发功率、氩气纯度、光室温度、焰炬的特征均有影响。

3. 还有一个可能就是雾化器堵了，还有炬管部分堵了

4. 如果是清洗了炬管，重装后位置优化很重要，尤其是水平观测的 ICP。没有拆卸炬管，又没有改变测量参数的情况下，雾化效果变化直接影响分析谱线强度和稳定性。另外，采光系统也是一个因素，我用的 ICP 就因为滤光片脏而影响了分析强度。

最后建议你把谱图调出来看看，是不是波峰位置、积分区间是不是发生变化。如果波峰位置偏移，直接导致强度下降。

一九一、工业盐中常含有分散剂铁氰络合物，但在化盐时常常要去除其中的铁离子，有谁知道其方法，或者是这种络合物的特性？以及它的测定方法？如果时用 ICP 测定，样品应该怎样处理？

测其中的铁元素可以采用取较大固定体积盐酸后蒸发浓缩后，保持适当的酸度于 ICP 测量。

一九二、ICP 测铜用哪条谱线最好？

不知道是什么类型的样品？ppm 级的建议采用 3247 的灵敏线，% 分析的建议采用 200 和 221 的分析线。

一九三、测定铁离子时，我用标准加入法测得的是 0.432 个 PPM，而用浓度估算却是未检出，为什么差距有这么大呢？

呵呵。你的 0.4 个 PPM 如果换成就是 0.00004%L 如果你用 ICP，这样的含量是达不到测定确定数的，你可以看一下你的仪器的测定下限，你就明白了。

还有你的标样的是否过高？

我想主要的问题是你的含量超过了 ICP 正常的测定有效区间。你可能看见那个含量在下限上面，没有问题的！！

我要告诉你。它给的那个就是很纯的水基体做的。几乎没有什么干扰的。实际我们在测定的时候都达不到那个理论下限的。

一九四、前几天做样的时候发现点火之前氩气往两个方向吹,一是往矩管,还有就是往进样管里吹,蒸馏水都冒泡.雾化器也没有被堵.后面换一个雾化器发现没有这种现象.难道雾化器坏了会是这种情况吗?

1. 只能是这么理解了, 正常的雾化气是不会被反吹的。它是在外面的夹层通过后形成负压区使溶液在中心通道吸入的。
2. 发生这种情况, 一般是雾化器中心管破裂造成

一九五、测砷, 读数后只看到很乱的基线, 没有峰, 不知道是什么原因, 而且在工作站上有两个参数 **LBGC** 和 **UBGC**, 不明白什么意思, 这个参数应该怎么确定?

1. 我估计你说的那 2 个是校正曲线波峰用的, 如果你的峰没有。很小, 建议加大称样量。效果会好点, 还有最好用石英的瓶子, 水最好是 2 次。这样带来的空白比较小。
2. 加大标样的 1 浓度, 先试试, 如果还是不出峰可能是仪器有了问题。
3. 很可能是峰位偏移了。

一九六、 我公司一产品由于测量元素多达数十个, 为缩短总测量时间, 想和大家交流一下各元素读取时间的设定规律

Uv 区的时间在 10~15s 左右; Vis 区的在 5~10s 左右。

一九七、我们实验室的金标样溶液是 5 月份配制的, 到了 7 月底发现其浓度变小 (通过新配制的金标样溶液体系测试得出的), 请问变质原因是什么?

1. 看看是不是酸度变化了.如果你的金浓度太大也会出现析出的现象.
2. 小于 1mg/ml 的标准溶液的规定的有效使用期为三个月; 因器皿对其中的元素有吸附作用, 会造成其浓度值的升高或降低。
3. 可能时间长了, 容器有吸附

一九八、请问食品中的钛的检测采用什么方式溶样比较好, 钛元素在消解的过程中容易跑掉吗?

Ti 需要用硫酸+硫酸铵才能溶解消化。

一九九、在分析高背景样品中, 标准曲线的背景与样品的背景相当不一样, 我现在是使用标准加入法做的, 这种情况下检出限如何测定?

在分析高背景样品时, 如果采用标准加入法就必须先扣背景, 否则分析结果有问题, 毫无疑问是偏高的。

二零零、本人目前做铈锑分析, 求 ICP-AES 同时测定铈锑中 **Pb, Cu, Bi, Cr, Cd, Fe, As, Hg** 的前处理方法 (溶样方法)

1. 加氢溴酸挥铈吧,要不然不好测定
2. 如果采用挥发除铈的办法, 可能会使 **As, Hg** 等元素同时跑掉哦。
3. 采用高纯铈配制一系列校准溶液即可。
4. 具体的样品溶解方法您可以参见如何各元素的分解方法:  
铈锑

- 0201.14 铋锭, GB/T1599-2002
- 01 As 0201.14 钼蓝分光光度法测定砷量, GB/T 3251.1-2000
- 02 Fe 0201.14 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量, GB/T3253.2-2001
- 03 Pb 0201.14 原子吸收光谱法、双硫脲分光光度法测定铅量, GB/T3253.3-2001
- 04 Cu 0201.14 原子吸收光谱法、铜试剂分光光度法测定铜量, GB/T3253.3-2001
- 05 S 0201.14 燃烧-中和滴定法测定硫量, GB/T3253.4-2001
- 06 Se 0201.14 硒试剂分光光度法测定硒量, GB/T3253.5-2001
- 07 Bi 0201.14 原子吸收光谱法测定铋量, GB/T3253.6-2001

**二零一、玻璃用 HF 比较好消解,但陶瓷我用 HF 消解了几天没没有什么反应(用电加热板),不知道大家有什么好方法消解陶瓷?**

1. 试试王水+氟化氢微波消解法
2. 采用 HCL-HF-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 溶样。(锆基陶瓷材料)
3. 用 EPA 3052 的方法即可完全消解

**二零二、过了一个暑假, ICP-AES 的灵敏度下降了几十倍, 雾化室已经清洗过, 炬管也没发现异常, 请教还有可能是什么原因?**

1. 仪器有没有进行初使化, 还有轴向镜片有没有清洗过呢, 有时候是因为炬管、镜片用得时间长了, 也会有灵敏度下降的状况出现, 我以前就有试过, 换一个的发射强度就好很多了。
2. 重新校正各元素峰位, 检查进样系统和气源.
3. 主要还是检查一下进样系统
4. 如不是雾化进样系统的问题, 就应该是光路了。
5. 仪器间湿度大, 光学室驱气时间不够。

问题已经解决: 是由于出射狭缝被不小心改小

**二零三、我消解玻纤的办法是用四氟烧杯称 0.4 克样品, 加 15 毫升的 HF 溶解后加 15 毫升的 HNO<sub>3</sub>, 置于电热板 (温度为 200 左右) 蒸发至 1 到 2 毫升, 加水冷却后定容到 100 毫升。上 ICP 进行测试。但是结果经常不怎么稳定。**

1. 取样是否均匀, 是否样品被污染, ICP 强度是否达到 700w 以上, 曲线的线性是否好, 都会影响最后的结果
2. 置于电热板 (温度为 200 左右) 蒸发至 1 到 2 毫升, 你这样不怎么好控制吧。用微波消解了。效果会好些。

**二零四、我最近想做铁的 ICP, 不知道标准曲线都是怎么做的, 还有每次都要做标准曲线吗?**

1. 应当按照标准品适当稀释到 5, 50, 500ppb, 再做标准曲线。每次都得做, 而且得用标准品做。
2. 推荐你几条谱线:218.240.241.271.273 这些线做高浓度的比较适合; 2382.2599 做低浓度的。
3. 稀释成不同的浓度后进行检测。

**二零五、ICP 的工作气体为何不用氦气而用氩气?**

1. 也可用氦气, 但氦气太贵。

2. 1. 电离能的问题，氫气是目前电离能最小的单原子气体，这样形成等离子体时需要的温度较低。
2. 产生的等离子体较稳定。

氫气的电离能 1509KJ/MOL

氦气的电离能 1523KJ/MOL

**二零六、我的炬观管是外层有一层油状的脏，内层一圈漆黑，且石英送样管头顶端部分已被烧的不平。请问有影响吗？**

1. 你每用过一段时间，根据样品量多少，1个月或者2个月，把炬管拿下来用20%的硝酸泡几个小时，可以去除上面附着的，这样就不那么容易烧坏~~不同牌子不同型号的有小小不同，泡过用纯水冲洗晾干
2. 根据你测试样品的数量和种类，炬管必须经常清洗，一方面可以延长炬管的寿命，同时保证测试结果的准确性。
3. 将TORCH装于大烧杯，用65%的硝酸煮沸两次，浸过夜，清洗，效果较好。
4. 用王水浸泡一夜，烘干。
5. 用浓硝酸浸泡后在以酒精擦试干净就可以了，我现在在怀疑是不是你的辅助气流量是不是有些小造成等离子体焰炬“托”起的高度不够有熔化或半熔的现象造成的不平。尖端的不平会造成分析溶液的雾化的气溶胶通过焰炬的中心通道有变化。
6. 尖端不平可能室你辅助气开的太小了烧成的吧。

**二零七、请问下，铅，铬，镉，汞，溴，能混合配成标液吗？是否会造成沉淀呢？**

铅，铬，镉是可以的，盐酸介质当中；

汞、溴没有尝试过，建议分开好些，不考虑沉淀的原因，就这两个元素来说测定时的等离子条件设置与其它元素还是有些区别的。

**二零八、在样品基本与标样基本有差异的情况下如何测定方法检出限。**

以前只用10个空白的RSD的3倍作为检出限，现在我很奇怪所指的空白溶液是指什么空白，因为很难找到与样品基本一致的空白溶液这样仪器的背景响应是与标准曲线不一样的，如果用试剂空白测得的检出限又怎么能说明样品的方法检出限呢？求教这种情况下方法测出限的测定方法。

我认为所用空白样品应该是和你所要检测样品一样，也就是已知的阴性样品。因为对于同一种方法而言，基质不同检出限是不完全一致的。所以同一个方法，分析不同基质时检出限很可能不同。每种基质的检出限要靠该种基质的空白样品来确定。

**二零九、ICP-OES分析中工作曲线通常采用配制阶梯浓度的标准溶液或是已知准确值的标准物质来进行？大家习惯哪种方式都有什么优缺点？结合自己的使用经验请详谈！**

1. 我们通常采用配制阶梯浓度的标准溶液。
2. 光度法用阶梯浓度，电极法，浓度成倍数的配
3. 用已知准确值的标准物质来做工作曲线。

好处是由于标准物质和准备测定的试样之间的差距较小，好多可能造成影响的误差因素可以相互抵消，实际操作可以节省很多时间和药品，标准物质的保存期限也比较长，随时可以使用，非常便利，很多情况下不必使用五个数据点，三两个数据就可以制成较实用的工作曲线。。缺点是标准物质的含量受很多因素影响，标称的数值有些是有问题的，直接影响到工作曲线



的可信程度和分析的准确。

4. 我一般都是采用三点进行的，不过我觉得这应该 检测对象来定才行
5. 用已知准确值的标准物质做标准曲线，用几个不同浓度值的标准物质和待测样品同样处理。然后上机。得到强度和已知的值的曲线，然后样品可以根据其强度在这个曲线上计算得出其原始含量。
6. 至少三点标准曲线，通常采用线性计算揭距！
7. 我都是用阶梯样品来做工作曲线，以往用两点，现在准备用三点，最多用过五点，我现在遇到的最大难题就是标准溶液存在配置误差，所以测出的数据偏差很大，而且每天用同样的标样测同样的样品，波动比较大
8. 采用标准物质做工作曲线还可以在一定程度起到基体匹配的作用。
9. 用已知准确值的标准物质来进行，可以免去基体匹配的问题，和样品一样处理，至少 3 点以上，标准物质的有效期一般比较长。但多元素一起测有时标钢的元素浓度梯度不能自己控制，不得已需要多选些标样。  
配制阶梯浓度的标准溶液，有时比较繁琐，移液误差，基体匹配，液体可能蒸发（有效期）导致的误差，混标时造成的误差。但它可以按自己的要求控制浓度梯度。  
所以我觉得各有优劣，能用已知准确值的标准物质时我喜欢用该方法。
10. 我也喜欢用已知准确值的标准物质做工作曲线，省了基体匹配的麻烦，又因为地质样品的分析项目很多（大于 10 元素），所以这样方便了很多。
11. 我一般配制阶梯浓度的标准来做。我觉得包括空白有三点就可以了。前一段时间为了保险经常用 5-6 个点。后来一个一个点的减少，发现三点足也，不过三点的范围不能太宽。有时点太多反而线性不容易做好。
- 12.1. 配制不同梯度的标准溶液做工作曲线。
2. 如果测定干扰因素较多，就采用内标法做工作曲线

### 二二零、大家谈谈正在工作状态中的 I C P 突然的断电，会造成哪些潜在的危害？

1. 1. 电路（毕竟是电器，突然的断电可能造成加速一些电器元件的寿命）
2. 气路（电路控制的气路，突然的断电可能造成气路的问题）
3. 检测器（对于需要冷却的检测器，断电造成冷且不够，对于 PMT 来说也会损害寿命）
4. RF 发生器（其实也可以算在电路中）
5. 光路（尤其是光路中有移动部件的光路设计）
6. 电脑（包括硬盘，数据采集卡等等）
7. 人（心里得承受断电造成得这一切）
2. 偶尔的断电，对 ICP 需要冷却的元件可能有一点影响（耦合线圈、电子管等），但是一般影响不大，如果频繁断电的话则另当别论了。
3. 我感觉检测器肯定受影响了，我的镭的强度明显变低了，我的是 PMT

### 二一一、求金属钠的杂质检测方法？包括 C, Fe, Ni, Cr 等。

通常钠基体高影响测试结果，最好内标法

### 二一二、我在测 Hg 的时候经图谱分析明明是 ND 的，但出来的数据还是正的，不知道为什么？

1. 看一下你标准溶液的信号强度及背景扣除位置是否合适，背景扣除位置应视基体情况而定。
2. 这种情况会经常出现的，所以测试以后好要看你样品的谱图和标线谱图以及你扣背景的情况。重新扣除一下背景，然后重新计算就可以了

二一三、想测含铅铜汞等离子样品，用 ICP 可以一次完事么，汞用 ICP 测一般误差有多大，是不是要单独用原子荧光测呢？

1. 我觉得不行,现在有很多样品也是用 ICP 测的 HG,有数的样品,拿到 CVAA 去测的时候就没人了,所以个人觉得 ICP 测的 HG 很不准,
2. 没人太多干扰的话, 8ppb (溶液浓度, 不是固体含量) 应该能做出来的, 再低就不好说了。

二一四、EN112 和 EPA3050B 的标液让我思索再三,就是想不出来, EN1122 加 5ML 硫酸, 它的标液是不是也加 5ML 呢/? 它要不要考虑硫酸在加热过程当中的省耗, 如果是又怎么算? EPA3050B 中加硝酸 25ML 和 HCL10ML, 通过加热, 它会反应掉一些, 既怎么样才能让它与标样保持一样

1. 最准确的方法是定容后滴定测样品溶液的酸度, 然后配制与之酸度相当的溶液来配标准!
2. 我觉得先配一个浓度为 2-4 倍的标准液, 然后再定容会更加准确些!

二一五、有没有用 ICP 做过水玻璃中的 Ca Mg 的, 怎么做前处理的?

Ca、Mg 属于水玻璃中的杂质, 称取样品于四氟烧杯中低温蒸至近干后, HF+HClO<sub>4</sub>(或 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)处理, HCl 溶解残留物, 定容后测试。

二一六、当等离子体点燃以后, 稳定 15 分钟以后, 测量检测时, 检测为什么会有等离子体火焰的颜色有时明亮发白光, 有时是一种火红色, 这样会对结果造成很大影响吗?

1. 当你测的样品元素含量比较高时等离子体会根据不同元素发出不同的颜色, 这是很正常的。
2. 钾、镁在火焰中燃烧会呈现白光; 而铷、铯、锂在火焰中是呈现红色的。估计您的样品中含有这个元素的。
3. 是否试液中混入了有机试剂
4. 应该是混杂了其他的金属了吧

二一七、昨天请人测了一个催化剂样品, 含有 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、CoO、MoO<sub>3</sub> 四种物质。ICP 结果给出了 Al、Ti、Co、Mo 的百分比。但发现将他们换算成相应的氧化物后, 总和才 60 %多。理论上讲是不是应该接近 100 %?

1. 要考虑样品是否充分干燥? 样品中是否还含有其它化合物? 样品中这些元素的存在形式? 有 XRD 数据证明这些元素的存在形式吗?
2. 三氧化二铝的含量为多少? 通常这个元素的氧化物在酸性介质中不易溶的。
3. 何以见得只含有 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、CoO、MoO<sub>3</sub> 四种物质? 首先 ICP 对一些非金属元素的测定尚有困难, 其次 ICP 不能确定元素存在的状态, 所以样品中未必就只含有上述这四种物质, 这样将 Al、Ti、Co、Mo 测出的含量换算成相应的氧化物后总和不是 100 %就可以理解了。
4. 如果样品中只含有 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、CoO、MoO<sub>3</sub> 四种物质, 那问题应该出在溶样上, 问一下帮你测定的人是怎么处理的样品, 样品是否完全溶解, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 因为经过 500 度焙烧, 所以正象活土匪说的酸不易溶, 此外 TiO<sub>2</sub> 一般不溶于水和稀酸, 最好用热的浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 来溶, CoO 能用酸溶但不太溶于水或碱性溶液, 而 MoO<sub>3</sub> 一般需要碱溶, 因此这四种物质的样品处理起来应该比较麻烦。

二一八、我这几天被我的 ICP 搞傻了，通过全谱图显示的波长和设定的元素的波长不一样，有时相差蛮大，仪钙为例在 **Subarry** 图中，红色的标记距离谱峰很远，但是，如果在图上移动位置的话，元素的校正系数有很小，请问这是什么原因造成的，通过什么方法可以消除？

1. 标准液配制要准确
2. 进行仪器稳定性调整
3. 看样子像是仪器处于非待机状态启动的，建议在仪器点火稳定 20 分钟后以 10ug/ml 的标准溶液进行分析元素的谱线校准，进行标准化将鼠标指针指像谱峰的中心线位置，会在下方显示出当前的谱线数值并与元素的标准谱线相对照，误差在 $\pm 0.002\text{nm}$  即为正常；并调整计数位置后更新到方法和样品中 **post-process**.
4. Ca 的谱线灵敏的可以选择 393；次灵敏的可以选择 315、317、211 等。

二一九、锆元素易于挥发该如何进行溶解测定？

微波消解+ 氢化物发生，注意 Ge 的氯化物易挥发

二二零、我的 ICP 用单标铅 100ppm 的验证铅，很准，但消解后，相同样品，我一份直接测是 451ppm，另一份加入铅标 4ppm，测出来却是 2 万多呢？不对啊，应该是数据累加的嘛

1. 1. 很有可能被污染，用浓盐酸煮 30 分钟消解罐(95+-5 度) .用 EPA3050B 再作平行样，
2. 稀释样品到线性范围 再测

二二一、请教我做实验需要同时测定铅、镉、砷、铜、镍、铬、钴、锰、铁、钙、镁、铝、硼元素，这 13 种标液能否做成混合标液？

铝离子要发射 190-220nm 的连续光谱，可能会对 As 等低波长元素有干扰，最好不要放在一起。

二二二、我的雾室在上半部分积水珠特别严重,以前用洗涤剂洗洗在用溶剂冲下就可以了.现在不灵了.

1. 主要是内壁的沾污造成的雾化水滴凝聚所至，采用铬酸洗液清洗可以解决挂壁的积水的问题。
2. 试试超声波清洗
3. 我用王水泡了 1 小时  
洗净后用 1%的吐温 80 泡一晚上效果还不错

二二三、想用 ICP 测玻璃中的 Pb，要如何处理玻璃呢？

应该是四酸溶样,即氢氟酸、高氯酸、盐酸、硝酸。

二二四、做土壤多项目分析的样品处理方法？ 包括：Cu、Pb、Zn、Co、Cr、Mn、Ni、Ti、V、Ca、Mg、Al、Be、Ba、K、Na 等等的处理方法

1. 我们做土壤中 Cu、Pb、Zn、Ba、As、Sb、Hg、W、Mo、Ag、Au、Sn、Bi，只有 Cu、Pb、Zn、Ba、As、W、Mo 结果可以，用四酸聚四氟乙烯坩埚敞开放解。
2. 我们也是采用王水、氢氟酸、高氯酸、盐酸介质定容聚四氟乙烯坩埚溶解的；其中的 Cu、Pb、Zn、Co、Cr、Mn、Ni、Ti、V、Ca、Mg、Al、Ba、K、Na、Mo 的结果在地质行业的误差范围中，Be 的效果不好、W 的灵敏度不够。

### 3. 用王水,氢氟酸,高氯酸消解

二二五、我发现用 ICP-OES 做土壤消解样时,很多元素定量不太准确,尤其时 Pb,甚至 Zn, Cu 等元素都太准(我是用国家土壤标准样 ESS 作为参考值的),请问如何解决?

1. 基体不匹配
2. 你的稀释倍数有多大,可能有基体干扰,溶样用的不同的酸也会使结果有偏差。最好是溶样的酸来配置标准曲线或者用标准加入法试试看。
3. 基体是匹配的,都是用的 HNO<sub>3</sub>+HF+HClO<sub>4</sub> 消解的

二二六、最近我们实验室调试一台 ICP, PE4300, 在小于 1ppm 时,重现性非常不好,这主要是什么原因啊?

可能测试的浓度太低,已经在方法的检出限的附近,当然数据不好

二二七、不同溶剂的标准溶液配成混合标液有没有什么忌讳?

1. 那要看这些溶剂是否互溶,否则会造成分层现象,致使实际浓度与理论浓度有较大差异.既然是不同溶剂,最好不要混合,防止有其它反应而使标准品有失效的可能。
2. 有些元素的标准溶液配制试剂不一样。配制混液时应注意。

二二八、在日常测试中,我发现每天测试的空白强度不一致。例如空白是 5%HNO<sub>3</sub>,测得 Cd228 是 261 强度,但到了第二天同样波长竟变成 95 强度。对于同一台仪器,在没有换任何辅助设施(如炬管,进样管之类),对于同一物质测试强度是必须保持一致性吗?

1. 设备是动态的满足要求,各种因素都对测量有影响,主要看测量结果是否满足要求。
2. 不一定要那样的,只要灵敏度\检出限\精密度满足就可以
3. 两次空白差这么多,肯定是某个环节有异常了,看看雾化器或者中心管有没有堵住
4. 无所谓,如果元素的响应值很高,这点强度的变化根本对结果就不会产生任何影响。你们用的硝酸是哪里的,国产的硝酸每批的空白值不是很稳定的。
5. 你中途换过氩气吗?不同瓶的氩气对信号影响还是蛮大的。
6. 检查雾化器是否堵了
7. 检查雾化器是否堵了,空白所用水及介质一样吗

二二九、我是用 Varian Vista ICP-OES, 并且用 CEM 之微波消化系统,一直以来空白及样本加标之回收率都不错,约 70~115%,但我并没有赶酸直接定容,请问这种做法有没有问题呢?

1. 在 ICP 的物理干扰中表现一种是“酸效应”,由于 ICP 使用气动雾化器将样品的溶液雾化后成为气溶胶,其中雾化器的提升量及雾化效率与气溶胶颗粒的大小和均匀成度与试样溶液的物理性质相关,通常在标准溶液和样品定容过程中都要加入一定量的无机酸来防止分析元素的水解或沉淀的,但由于各种无机酸的物理决定了他们在黏度、密度等方面的不同对雾化效率产生影响,不同的酸度值和不同类型酸造成谱线强度的不同称为“酸效应”,含酸溶液的提升量及强度信号均小于水溶液,强度值随酸度增大而降低。

出于以上的影响,应适当的赶酸,使其定容后的溶液酸度保持在 10%左右!

2. 那看是什么酸了,硝酸跟盐酸可以有些,磷酸的基体干扰就大了。当然, HF 不能用
3. 有时为了消除误差,在配制标液的时候,加入相应的酸作机制溶液,如 10%
4. 酸度对某些元素的检测是有影响的,但是关键在于酸度的大小,而且如果保证标准系列的酸度一致,基本不会有什么问题的。

5. 如果要测 As、Se 等挥发性的元素，最好不要赶。对于其他的元素，影响不大。
6. 看你冷却后的步骤了，如果是 make up 后到入 tube，应该不存在酸的问题，当然定溶应在室温下（哈哈，有时候考虑的各种量，60 度也定了）。
7. 不加氢氟酸的话，可不赶酸

### 二三零、斯派克 icp-oes 的 nebulizer flow deviation 是什么原因造成的呢？

1. 怀疑是流量控制电磁开关的问题。
2. 氩气的流量设置不对，或者是氩气不纯。
3. 通常是在你冲洗的时候，雾化气流设置太大才会出现这个问题，在点火和测量过程中我从来没有遇见过，不过冲洗过程中这个问题不影响什么的。

### 二三一、如何有效排除样品基体对测试结果的影响？

1. 标准加入法就是一种可以有效地补偿基体效应对测定的影响。
2. 基体匹配也是不错的
3. 主要是样品基体复杂，不可能每个样品都能匹配，所以从仪器入手可不可以去除干扰。
4. 使用内标可以很好的消除因物理效应产生的基体不匹配。
5. 听说可以做 IEC 和 SMF 的模型来修正干扰，但具体我也不清楚
6. 还可以考虑用标准物质验证一下，看是否干扰在可接受的范围之内。在此基础上，用外标\内标\基体匹配\标准加入法等进一步研究

### 二三二、你们在进行 ICP 实验时，用的是什么纯度的试剂？包括最开始的样品前处理部分、溶液配制测试部分等。

1. 我们用分析纯的进行亚沸蒸馏。
2. 我们用的是优级纯，国产的，配标准溶液用光谱纯。
3. 主要取决于你所测的元素和元素的含量
4. 做到 ppb~ppm 级了，看到一些资料上，有单位在样品的前处理用的是分析纯的试剂，而溶液配制则用优质纯的试剂。
5. 我们是做杂质分析的，要求比较严，ppm 级。
6. 要是真能达到试剂标签上的要求，优级纯也就可以了。但是现在的试剂很多都是空白很高的。达不到标准。

### 二三三、最近作一个试验需要测定煤矸石成分，以前对仪器了解的比较少，时间比较紧迫，所以求助各位高人详细说明一下如何做煤矸石制样？

1. 可以用 5mlHCL/3MLHF 酸进行消解的。不过样品一定要研细哦。另外也看你分析其中的哪些元素了。
2. 如果不是做易挥发元素，先在马弗炉中烧下，除去碳，再用酸消解

### 二三四、ICP 一直点不着火，是菜单栏中报警处出现一个 FAN 是怎么回事，是要用风扇去吹那到底是吹哪里呢？

1. 我想 你先看看你的排风 可能是它的问题
2. 不能光看在转，要看到底有没有降温效果
3. 我估计是测量风速的小风扇出现故障。你先用看看是不是灰尘太多，是风扇的阻力太大，而是传感器认为你的风量不够。清理后，还是出现这个问题，你可以用测风速的仪器看看出风口的风速，在看仪器显示值，两者差异很大的话，就麻烦了，就可能更换风扇哟。总之，得看风路是

否畅通.因为很多仪器都设定了最小风速,低于这个最小值,是不会让你点火的.

4. 细检查点火条件,看看管路和线圈,如果氩气不纯也点不着火的,试试另一厂家的氩气
5. 应该是仪器内部给 RF 发生器电源冷却用的风扇相关的报警吧,看一看风扇是否还在转(需打开盖子)、过滤网是否该清洗、检测风量的传感器是否坏或被灰尘堵塞。
6. 强烈建议检查管路,以及氩气纯度
7. 有时候湿度过高也点不着火的!!!检查下感应线圈和氩气的纯度够不够!!
8. 应该是风扇故障了,把风扇短接就好了

**二三五、ICP 不知怎么回事,用 5ppm 的 Mn 标液做时间扫描,其强度仅为 1330,检查雾化器的雾化效果挺好的,重复做还是那样。然后换了雾化器、进样管、炬管等部件仍不见好,信号反而更低仅为 300 左右,也找不到峰。**

1. 用纯单标溶液重新寻峰.在寻峰前把以前软件保存的寻峰删除
2. 你的仪器是什么时间安装的,可能是光学系统发生了飘逸
3. 1、谱线没有选正确。
- 2、谱线已漂移,当然也就看不到峰了。
4. 我用的 ICP 也出现了这种情况,刚请供应商维修好,可能是两方面的原因:1.雾化器堵塞 2.光学系统的问题,把镜片取下来擦一下。

**二三六、ICP 点火后一会就自动熄掉了**

1. 进样系统漏气或仪器条件设置不当。
2. 漏气或空气湿度大。
3. 请检查一下冷水是否正常,检查一下拘管部分
4. 把各个接口重新再接一次,我们昨天是因为进校管和雾化器之间没接严。
5. 也有可能气不纯
6. 可能是雾化器堵了
7. 氩气压力过大
8. 我也有这经验,几秒钟就熄火,原因是光纤烧坏了。

**二三七、在取的样品中,有的元素浓度高,有的元素浓度低,可以用选择适当灵敏线来测定,那么是否可以先测浓度低的元素,然后将样品稀释后再测浓度高的元素呢?这样对测定结果有无影响?**

1. 建议不要用稀释的方法,常量分析就是常量分析的方法,微量分析就是微量分析的方法,痕量分析就是痕量分析的方法,你作稀释的话不是把误差都给放大了吗
2. ICP 最大的特点就是多元素同时测定和宽的线形范围,这就意味者主量元素和微量元素同时测定,
3. 如果常量和微量混在一起分析就会出现由于某些元素含量高需稀释使得微量元素分析不准确,而且会有相互干扰的现象。
4. ICP 的长处就是线性范围宽,可以同时测量定高低含量的成分。但是前提你的标样要覆盖你的试样,不建议测试超出你的标样含量范围太多的样品,如果是这样的话,建议稀释。测量低于低标的样品时,关键看你的空白带得好不好,否则也容易引起较大的误差。

**二三八、用 icp 测 Zr/Ha ,但他们的氧化物难溶,又不能用硫酸溶,请各位指点如何溶解呀 ?**

1. 硫酸只能部分溶解氧化锆的,要溶解氧化锆要用氢氟酸缓溶的
2. 我告诉你一个我们用的方法:1gZrO<sub>2</sub> + 10g(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> +20ml 浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 在低温电炉上

溶解(约 2—10 分钟),直接用水稀至 200 毫升容量瓶。与 TiO<sub>2</sub> 溶解方法一样。比文献中的方法含盐量减少了一半,这是我们实践总结,已用于日常测试中。(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 也可用其钠盐代替。

不过用 HF 也可,这样盐份更低,空白值更低

3. 1gZrO<sub>2</sub> + 5g(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> +10ml 浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 就可以溶解了,但是粒度要细.我是在电炉上高温加热也。

### 二三九、锆英砂如何溶解?

1. 斜锆石和巴西石组成是二氧化锆或硅酸锆;

可采用三种方法使转变成溶液形式用于 ICP 的测定:

1、酸溶:氢氟酸-硫酸体系溶解;

2、碳酸钠熔融-酸浸取;

3、硼砂熔融-酸浸取。

2. 预先将 4g 硼砂在铂坩埚中熔融并将坩埚倾斜转动使熔融的硼砂沿壁流动,将坩埚壁充分被覆盖,这时将样品分散置于坩埚中后于高温炉中灼烧 30 分钟以上溶解,温度在 900 度左右(硼砂熔点在 870 左右),如果得到的熔融特是完全透明并且在坩埚的底部看不到未熔的颗粒即为样品溶解完全。将熔融物置于 100ml 热的 1: 5 HCL 中,加入 20ml 1:1 硫酸加热至冒硫酸烟,稀释定容。

在莫拉切夫斯基和克尼波维奇主编的一书中有过锆类的分析。

注意要与标准溶液保持相同浓度的硫酸,否则两者的雾化效率存在很大的区别影响结果的准确性。

### 二四零、请教各位大侠,我做实验需要同时测定铅、镉、砷、锑 4 中元素,这 4 种标液能否做成混合标液?

1. 可以,只要不放汞

2. 我们是八种的, Pb,As,Cr,Cd,Hg,Ba,Se,Sb.做几年了,也是很好的,没见过有什么影响,和其他 LAB 做对比也很好的

3. 加 Hg 主要是 Hg 的残留比较大对空白影响比较大

### 二四一、请问铸件(铁)要怎么溶解啊??我用硝酸混合液溶解,可是还会有些碳不能溶解啊??

1. 这要看你做什么元素了,如果只做 Mn, Si, P 的话

用 1: 3 硝酸在 100ml 的单量瓶中溶解,定溶过滤取其清液,用 ICP 测定就可以了。铸铁中碳含量很高没有必要也溶解,测定铸铁的碳硫可以用高频红外碳硫测定仪

2. 硫硝酸混合酸就很好,溶不了的是游离碳,滤掉就可以了。

3. 根据成分选择硝酸与盐酸的比例,另外测定磷有的仪器要稳定好长时间。

4. 我觉得你用 ICP 测试时还是用盐酸滴加硝酸溶解试样比较好。不溶的碳过滤取清液就能上机。

### 二四二、ICP 发射光谱仪搬家需要注意哪些事宜?

1. 最好是找厂家的工程师

2. 其实问题不大的,我有搬过,只要搬动过程中不剧烈震动,光学系统不会发生偏移

3. 搬家需要请维修工程师将重要配件拆下。搬到目的地后再装上。且搬动时尽量避免震动。

4. 可能需要钉木箱的,在搬运之前,要按以下顺序,把一些零部件先拆下来:

1、卸下进样系统

- 2、卸下循环水机
- 3、卸下每一个附件，如自动进样器
- 4、卸下所有的气路管线和水路管线
- 5、卸下计算机和打印机
- 6、安装仪器的搬运把手
- 7、将仪器装箱，运输至新的地点
- 8、重新安装仪器

注意事项：如果仪器移动过程中会处于 0 摄氏度以下的环境，还需要与厂家联系，由维修工程师将射频发生器中所有循环水冲洗干净以防止结冰

### 二四三、有哪位大侠做过 2#纯铜中 Bi,Sb,As,Ni,Pb,Sn 等杂质元素?具体如何做?应注意什么?

Cu-2 中 Cu 不小于 99.9%，而杂质 Bi、Sb、As、Sn、Ni 这几类都是为 0.002%；Fe、S、Zn、为 0.005%；O 为 0.06%，总杂质质量要求在 0.10%以内，其中杂质的量除 O 外与 Cu-1 要求是一样的，只是相差在主元素 Cu-1 为 99.95%，所以应用 ICP 分析时需要对主元素铜的分离，通常都是采用稀硝酸溶解后通入还原性气体如（硫化氢），生成 CuS 达到分离基体的目的，之后进行杂质元素的测量，否则精度是恐怕是难以保证的。

建议还是用 YB 78-60 来做吧！

### 二四四、沉淀硫酸钡用 ICP-OES 作 RoHS 要如何进行预处理？用王水，硝酸，HCl 其中之一来溶解表面的离子可否？还有什么方法呢？

硫酸钡酸类不能溶解,建议采用过氧化钠等物质熔融处理品样品.

二四五、今天用 I C P 测对虾粉标准物质中的铝，前处理用 1 比 4 的硝酸和高氯酸混合液，大量冒白烟时拿下赶酸，近干时加 2 毫升浓硫酸，再赶至约剩 0.5 毫升酸，取下定容，上 I C P 测定。可是结果总是偏低。不知道为什么？各位高人，有谁知道问题出现在那里吗？前处理的损失有可能吗？我消化、赶酸的温度基本上在 1 2 0 度左右，有做过 I C P 和食品中的铝的高手和朋友帮忙诊断一下。

1. ICP 上选其他的谱线试试
2. 加点磷酸试试看，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在硫酸和磷酸的 2：1 混合相中好溶一点
3. Teflon crucible pot 称样量根据大致样品含量称取，20ml 王水,加热 5min，取下加入 2.5ml 高氯酸继续加热白烟冒尽，取下冷却，加入浓 HCL 根据最终定容确定加入量）及适量水，加热复溶解盐类 3min，稀释定容；使最终定容酸度保持为 5% HCL 介质。  
谱线选择：281.619；263.769；396.152（灵敏）；394.401；308.215；237.312 等。
4. 硫酸在 ICP 分析中可以采用，需要注意各样品之间酸度匹配的问题(应该严格保持统一)，酸度以不超过 5%为宜；通常硫酸除做为增加对样品分解能力外也做为“赶”酸的酸（如 HF），这种情况应加热冒尽硫酸烟为止；并注意使用硫酸时与某些产生沉淀物质的问题；磷酸对样品有很强的分解能力，但其粘度较硫酸更大，并在加热时间过长或温度过高容易产生白色焦磷酸盐沉淀对使用器皿的粘附性很强，不利于复溶解的学浸取，造成结果偏低的现象。因此磷酸应尽可能的不使用，如果必要使用在样品溶解邻近完成时采用滴加几滴的方式蒸干即可。
5. Ca、Ba 时是不能使用硫酸的；因这两类均会与硫酸根形成难以被其它酸所复溶解的沉淀化合物而使结果准确性难以保证。应不宜使用。



二四六、有些品牌的 ICP 检测器需要吹扫,有的品牌不要.这是什么原因呢?想向大家咨询下

1. 有的是真空泵抽气,有的用氩气或氮气排空气。
2. 这要看仪器用地是什么检测器?如果是 CID 检测器,由于是直接暴露的,没有保护,而其工作是在低温下(-40℃左右)如果不赶走光室里面的水份,会很容易结霜导致检测器损坏!
3. 吹扫和不吹扫,并不能说明是否能够检测紫外区。反过来说,要检测紫外区,也不一定要对检测器进行吹扫。有的检测器必须低温冷却,没有吹扫,根本不能做样,更不要说紫外区的应用了,这个是需要吹扫的 ICP 仪器本身的一个很大的缺陷;有的检测器采用充氩气的密闭的自循环系统,根本不要耗费检测器的吹扫保护气体,在事后的运行中,能够大量的节省氩气或者氮气,同时,检测器无需低温冷却就可以具有非常优秀的使用性能,这个是它本身的很强的技术优势。

二四七、单晶刚玉样品溶解,四硼酸锂溶解,可是熔块不好浸出来?

1. 你用四硼酸锂和偏硼酸锂试一下
2. 用碳酸钠和硼砂 1:1 熔融 用盐酸洗出 没有问题
3. 热的酸溶液浸取,建议采用石墨坩埚熔融。
4. 用高压闷罐消解,溶剂为硫酸
5. 可以用硫-磷混合酸试试,应该问题不大
6. 0.1g 样品,加入 5ml 硫酸,5ml 磷酸后,于电热板上先用中火加热 1-2 小时,后升高温度,待样品溶液澄清即可。

二四八、有那位朋友做过不锈钢中铅,因为我用的 ICP-oes 干扰严重。我的功率是 1200w

1. 利用不锈钢牌号做基体匹配
2. 1200W 太高了,1050W 就差不多了。  
多选几条线,把 182 和 405 也选上试试

二四九、样品是玻璃杯子上印制的卡通图案,并且用刀子刮不下来的!要求用 ICP 做图案的环保测试。困难是 从玻璃杯上刮不下图案 没有办法做前处理

1. 可以尝试用有机溶剂(如:乙酸丁酯等)将图案溶解下来,之后挥发或加入氧化性的酸类破坏有机溶剂;
2. 用刀刮不下来的应该就是整体测试了吧,  
我觉得你这种情况没必要全部溶解,做醋酸溶出铅应该就可以了。
3. 是油漆吗?可以试一下丙酮来溶解。

二五零、ICP 的主要配置是怎么样的?

1. 主机:检测器,RF 发生器,雾化器,雾化室,蠕动泵,中阶梯光栅,中心炬管
2. 分析软件
3. 循环水,电脑,打印机
4. 消耗品

二五一、在分析铝合金溶液时,开始标准化时候,强度正常.分析一会后,强度突然下降.请教各位高手这可能是由什么原因引起的

1. 检查一下雾化器、炬管、氩气流量

2. 雾化效率的降低最有可能，称样量与稀释体积为多少？极有可能是盐份过高影响的。
3. 1. 等离子气流量变小
2. 载气流量变小
3. 毛细管堵塞
4. 喷雾器堵塞
5. 雾室集液
6. 电压/功率变小
7. 样品没有处理好。
4. 0.05g,用 40%NaOH 5ml 溶解,25ml HNO<sub>3</sub>(1:1)酸化,定容 250MI
5. 如果炬管是水平放置的就检查下是不是外管特别黑,是就清洗再做吧
6. 毛细管堵塞,喷雾器堵塞,电压/功率变小,样品没有处理好。

二五二、偶而要接触测一些银触点,但银用王水消解不了,上了微波也不行,有那位可以指点下

1. 用稀硝酸 1: 1 溶解。
2. 可以直接测定，328.068 338.289 谱线。tzl75 和 540cj 对这贵金属这方面分析更厉害。
3. 用 1+1 硝酸即可

二五三、从来没有用过 ICP 可马上就要亲自上阵 还是没有人指导的情况下 慌啊 现有几个低级问题 想请教一下各位 知道的 GGJJDDMM 一定要帮忙啊

一，个元素分析线的选择

二，标液配制时怎么确认浓度

三，测定时所需体积

1. 第一，对于一个元素来说，常用的分析线并不多，通常只有几条。测定时选一条没有重叠干扰的谱线就可以了，当然，强度越大越好，有时可能还要考虑一下背景的影响；  
第二，ICP 发射光谱的线性范围很宽，标液配制时浓度可选常用的或与样品接近的；  
最后，采用 ICP 发射光进行测定时，样品溶液消耗很少。
2. 一： 基体不复杂，浓度不高一般用灵敏线，  
二： 配置的浓度看你的样品浓度，上下扩展即可。  
三： 体积？根据你的称样量以及最后的浓度要求来定！！
3. 一 分析线取决于样品，不同的样品用的分析线是不一样的。选择分析线的原则一般是在没有光谱干扰的轻况下选灵敏度最好的线  
二 标液的浓度由待测样品中待测元素的浓度来定。  
三 icp 分析需要的样品很少，一般只需几毫升。只需将样品配制成合适的浓度即可，通常，总可溶性固体不超过 10g/l。

二五四、蓝晶石这类高铝高硅样品(铝,硅为主量元素,含量分别为百分之几十),采用传统酸溶法可以分解测定钾,钠的含量吗? 用什么酸比较合适?用量如何?

1. 我们是采用碱熔，反酸化，测定样品的硅、铝、钙、镁、铁等元素。为了控制溶液中的盐量采取严格控制碱量。
2. 如果测 K、Na 可以采用酸溶：Teflon 或铂坩埚，样品称重量在 0.2000g 左右，王水 20ml，因是高硅增大 HF 用量在 10ml 左右（根据情况而定，溶解数分钟后如溶液清澈即为硅类分解完全，如仍是混浊需补加 HF），5ml 高氯酸。加热至高氯酸白烟冒尽（铝类较没较没较容易沾附在坩埚壁呈黑色，转动坩埚用冒烟状态的高氯酸溶液沾附即可溶解），加入盐酸复溶解。最后定容在 10% HCL 介质。

用 ICP 测定时采用较的 RF 功率 (950), 较大的雾化压力 (>30psi), 可以获得最佳的信噪比; 谱线 Na 589.592 和 K 766.491.

**二五五、本人使用 ICP 曾经遇到过几次这样的问题:在测试过程中突然电脑操作与 ICP 通信中断,即电脑操作与主机没有信息交流,想熄火关高压关不了,一点熄火操作软件界面,电脑就象死机似的,软件里什么东西点击都没反应了.但电脑的 window 界面却可以操作.最后只好先在主机的控制板松开那螺钉熄火后,关掉主机电源,过几分钟再开,然后开电脑发现问题就解决了!即电脑与主机 ICP 通信连上了.想请教各位大虾有没有别的好办法,不用关主机电源就可以解决问题**

1. 好像是通讯数据线的问题吧, 要不然就是电脑通讯串口的问题。
2. 建议重新灌软体,或是重新将系统也灌一次,问题自然会解决,
3. 通讯问题, 软件的通讯口造成的! 尽量避免强制的中断连接
4. 数据线质量或接口接触不好吧!
5. 我也碰到这样的情况, 只是我把计算机重新启到一下, 再重新把点火给关掉, 或是把炬管门上的螺丝拧松一下。
6. 这就是干扰造成的电位差问题, 产生虚假控制信号, 解决的方案是控制部分的地线, 一定要共地, 这样缩小电位差, 但是设备本身电路板设计电磁屏蔽没有搞扎实的话, 这个问题就很难处理, 只有重新启动电脑一条路,

**二五六、我测定钇锆中的三氧化二钇开始是称 1g 去做,测出来是六点多.后来称 0.1g 去做,测出来是五点多.为什么测定同一个样品含量会不一样呢??称样量改变了我也重新计算重新配制标准曲线了啊?怎么还会这样??**

1. 两次称量相差 10 倍太多了, 对于这种平行分析来说结果的重现性不会太好的, 可以用称 0.5000 和为 0.2500g 样品试试。
2. 这种相差大倍数称重量的方法在地质样品溶解过程中较为常见, 主要是针对验证称样量较大份样品是否溶解完全的问题和稀释误差的问题; 为了获得在保证结果准确前提下重现性较好的平行分析结果通常采用相同重称样量或相差 1/2 重的平行分析方法, 这也是监控操作过程仔细程度的一种方法。
3. 因为你的样品中所测成分含量较高, 建议将样品稀释到 200ug/ml 做比较好。这样可以避免基体效应。因为不知道你具体是怎么做的。我想这种样品基体匹配难度比较大, 如果你没有基体匹配的话, 浓度越高受基体效应越大, 结果越不可信。
4. 称样 0.1g, 定容到 100ml 容量瓶, 然后分取 10ml 稀释至 100ml 容量瓶, 这样总的样品浓度只有 100ug/ml, 这样比较好做。你可以用钇和锆单元素溶液自己配制一个管理样来检验分析结果是否正确。
5. 标准加入法没必要, 而且标准加入法需要扣好背景, 难度较大。

**二五七、我用 PE 的机来做 Pb (用两个波长的), 奇怪的很, 一个波长跟另一波长度出来的数据相差很大 (如 300PPM 和 2.00PPM) 这样子, 不知道是什么原因, 但我把样品用瓦里安的机来做就数据是相差不多, 有那位高手遇到过这样的问题**

1. 可能是分光的问题吧, 不同仪器的波长偏差是不一样的。
2. 是否光谱干扰造成的?
3. 首先你应该确定:1.两个波长的灵敏度是否符合要求 2 是否有基体或其它元素的干扰?你是否是纯标准做样? 3 你确定的峰位是否已经偏离?背景扣得是否正确?
4. 可能的原因如下:

1.因为光学系统的原因结果数值偏低的谱线位置没有对好或发生较大的偏移,即测定位置与谱线位置不一致;

2.结果数值偏低的谱线扣背景的位置选择不当;

3.结果数值高的谱线存在干扰线的重叠干扰。

根据你的情况我认为 1 的可能性最大 3 的可能性最小。

5. 寻峰的时候是用 pb 元素来寻峰的吗, 是否寻错了峰呢?

**二五八、我想用 ICP 测试高硅样品, 但仪器没有配备耐氢氟酸系统。有些朋友说样品用氢氟酸溶解后, 加入足量饱和硼酸溶液处理后, 便可直接进样。不知可否, 有理论依据吗?**

1. 也可以加入高沸点的酸(如: 高氯酸), 因沸点的高低而被先后蒸干, 从而高氯酸起到“赶”氢氟酸的作用。

2. 不做样品中的 Si 就可以这样做

如做 Si:问题是怎么知道氢氟酸是否赶完.平时“赶”氢氟酸都是在冒高氯酸烟的温度下赶,但此时 Si 早就析出了或变成硅氟的化合物挥发跑掉!!!!

我以前做硅锰的中 Si(17%)的时候试过,王水容样,滴加大约 10 滴 HF,然后加饱和硼酸,是有点担心,但我加的 HF 量少,又加了加饱和硼酸所以也没见有什么问题,只是发现加饱和硼酸机体,测高硅有点不太稳定

建议作试验要小心,毕竟雾化器太昂贵了

**二五九、我用一般用 3050B 消解, ICP-AES 测试, 但测试了一年多了也没有发现哪个样品汞超标, 我的样品有很多, 包括开关, 继电器等很多资料上说的可能含 Hg 的物质。**

**我也做了 Hg 的回收实验, 虽然回收率是差点, 但还是能测试汞的。不知道大家怎么看?**

1. 通常情况下, 汞是液体, EPA3050B 方法不适合测汞。

2. 我是用加热板在开放体系用 3050B 消解的

但我将标准汞液按 3050B 消解后测试过汞的回收率在 60%左右啊, 汞损失也不会完全损失吧?

3. 老兄, 你是 ICPAES 的话, 你就测试一下 Fe 和 Mn 的合金试一下了。保证它会超标, 不过不是真的超, 是光谱干扰的原因。

4. 冷原子发生器,它的目的只是降低检测限,提高灵敏度,不加也不会影响测 Hg 的  
我觉得之所以测不出,还是由于ICP-AES的灵敏度不够,所以测不出汞的

下标准化后就明白了。

关于多条的分析结果如果 你的选择恰当,应该分析的结果相差不大,你可以利用公式编辑来计算输出某个或几个元素的平均结果.

另外利用公式编辑在特定的元素环境下可以实现与样品重量无关的分析---就是说不用准确称样也能得到准确的分析结果,比如 RE/RE 总量

**二六二、根据仪器供应商提供资料, 不同类别之元素分析, 需要分类配制标准溶液.我是做水质分析之工作, 标准曲线包含 17 种元素, Ag, Al, As, B, Ba, Cd, Co, Cr, Co, Fe, Ni, Mn, Pb, Sb, Se, V, Zn, 曲线看起来没太大问题, 请问有没有必要分类作标准曲线**

1. 一般情况下没有必要分类做标准曲线。

但要看是不是这 17 种元素都能在同一条件下做出校正曲线。

再就是看 17 种元素之间是否存在干扰, 当然这可以通过选择特定波长来尽量避免。

2. 有必要分类, 分 3 类

Ag Al Ba Fe Mn

As Cd Cr Pb Sb Se

B V Zn Ni Co

3. 将一些经常一起测定的元素配在同一个标准溶液中的好处是使用起来非常方便, 缺点是当只测其中的几个元素或一两个时也会消耗标液中有的但是不测的那些元素, 再有就是配制标准溶液时所含元素越多越麻烦, 而且越容易出错; 将溶液配成单标的好处一是容易配制, 二是可以节省试剂, 但是当要进行样品中的多种元素含量的测定时, 其分析过程就与原子吸收没什么两样了, 也就是说彻底失去了多元素同时测定的优势。

**二六三、我用的 ICP 排液管经常发生堵塞, 就这个问题我已经用了很多方法了, 样品算是很干净了, 做完样品后用酸洗 10 多分钟, 用蒸馏水清洗 10 分钟, 排液管还是经常出现堵管, 哪位高人能帮忙下! 样品准备程序, 干色漆样品, 经 5%硝酸振荡浸泡 1 小时, 然后过滤! 取清液上机分析!**

1. 你可以看看是不是安装不好. 管道折了导致废液漏出. 我这就发生过的

2. 建议你在清洗完进样管后,让他吸空气进去,将管子里的液体全部排出,这样会好一些

3. 是不是你的样品没有过 0.45 um 的膜, 预处理完全了吗?

4. 应该还是安装的问题吧，我的样品消化算不完全了，拆下来好好安装一下，装好之后就不用动的，清洗时就整个冲冲好了，反正不会影响到结果的

5. 把废液管的泵夹紧一格或几格

加大抽液的压力

不知道是什么原因导致堵塞

废液管能观察到固体么？

#### 二六四、请问大家氧化锆怎么进行 ICP 前的预处理？用什么酸合适？

1. 用 HF 吧，但注意如果雾化器不耐 HF 的话要在反应完全后加入硼酸络合残余的 HF

2. 斜锆石和巴西石组成是二氧化锆或硅酸锆；

可采用三种方法使转变成溶液形式用于 ICP 的测定：

1、酸溶：氢氟酸-硫酸体系溶解；

2、碳酸钠熔融-酸浸取；

3、硼砂熔融-酸浸取。

3. 用硫酸和硫酸铵溶解..不过粒度要细.

#### 二六五、想请教一下当生铁中 Mn>3%,Si>1%时，要同时测定 Si,Mn,S,P,As 怎么前处理

1. 你试试这个方法,称 1.0 克样品放置在 250 毫升烧杯中,加入 15 毫升盐酸 5 毫升硝酸,先不加热,待大部分样品溶解后,再微热至全溶,蒸发驱干硝酸,冷却,加入 10 毫升盐酸,加水稀释,若铁不能完全溶解,可将溶液蒸发至 5 毫升,补充一些盐酸和硝酸继续反应,一般有这个步骤,样品可完全溶解.

2. 王水就可以了，还可以用稀的硫硝酸混合酸加双氧水，不过用 ICP 最好不要用到硫酸，炬管容易变黄。

3. 0.2g 样品先用 1+17 的硫酸加热溶解，然后加硝酸溶解碳化物。定容，用 ICP 测定。

4. 加硝酸：硫酸：H<sub>2</sub>O = 0.8：5：100（体积比）25ml, 15%过硫酸氨 5ml, 低温溶解，差不多溶完补加 15%过硫酸氨 5ml, 溶完后的滴加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 煮清亮即可，容样过程中注意保持一定的体积，温度不能过高，以防 Si 析出。这对一般的生铁都可以测定，但如果生铁中 Cr 含量较高，则该方法不能测锰，结果偏低很多。

二六六、我是初接触 ICP 分析,在做纯锰粉中的硒含量时,测试结果非常乱,标准曲线线性不错,请教同仁有什么好的方法,谢谢!锰粉为 99.5%至 99.95%.

1. 可用原子荧光做,测硒时锰不会产生干扰

2. 注意溶样方法

注意基体匹配

3. 溶解试样的方法为硝酸,99.95%的锰粉中硒含量大至在 0.5ppm 左右.

在标样中已加入基体锰.

二六七、我今天上午刚刚做样品发现的问题,一个 Al 的基体样品,测量 Pb,但是 220.353 的测量值只有 18mg/l, 283.306 和 405.781 的测量值却到 30mg/l,我检查谱线,没有问题,背景扣过,也没有任何作用,不知哪位有经验的解释一下?

1. 这不奇怪,干扰造成的,通过谱线描述,找到干扰小的谱线来测量。

2. 220.353 与 283.306, 405.781 在你测试样品中的测试值不一样,仔细说这三个数都不正确,220.353 谱图背景扣除挺好,可是存在基体不一样产生的物理干扰,

283.306 与 405.781 数值与真值最接近(不含 Fe);你要想测试真值,可以用标准加入法测试一下,这三条线的数值应该是差不多,30 多一点。

3. 铝对铅的 220.353 线有干扰,对于铝基体我们一般用 217.000 或 261 那条线

4. 对于铝的基体,用波长 220.353 铅的含量测试不管用哪一家的仪器都会有干扰,

你可选用标准添加法来做测试,你可在你分析的样品里面加入已知的 Pb 含量,

然后选择不同的波段进行测试,看哪一个测试波段值比较准确,10%的误差都可接受哦

二六八、请问用 ICP 测电镀液的话,样品需要做前处理吗?还是直接进样即可?

1. 应该是没有问题的,不过一般会把功率稍微调大一点。

2. 有的电镀液很粘稠,还有如果用火焰原吸测时,火焰会有很多缺口。

3. 进行一下过滤,然后要稀释。

4. 样品是要处理一下,用硝酸冒烟分解样品,样品接近蒸时加盐酸溶出,样品为 1 毫升

二六九、用 ICP 测同一元素含量,实验室内同一实验员不同重复间的误差、不同实验员间的误差、不同实验室间的误差应控制在什麼范围内?

同一实验员不同时间的误差为 5%以内，不同实验员及不同实验室间应该小于 10%吧。

### 二七零、ICP 测重金属样品，王水前处理，用什么仪器，加热多长时间？

1. 对仪器影响不是很大,主要是要测试要基体匹配,测试结果才会准确
2. 主要看你是做什么样品?若为固体样,溶样较为麻烦,若为液体样,只要数分钟就可解决.
3. 玻璃器皿对测定结果影响不大,一般器皿中不会有重金属离子,加入王水后先要低温加热

### 二七一、我们用硝酸配制和标准液一样的空白，得出的强度居然和 1PPM 的标准液的强度一样，是不是酸有问题呢，里边含有待测物质，但我用的已经是优级纯了

1. 你的标准溶液的浓度是否叫高呢?如果是的话,那是因为基体效应导致的.
2. 你自己可以检测一下硝酸的纯度怎样的
3. 酸要好，用 up 级的

### 二七二、昨天做了一个样，发现回收率很低，各位大侠分析一下是什么原因？

1. 排除操作因素外，有可能由以下原因导致：
  - 1、基体干扰
  - 2、谱峰干扰
2. 基体中的酸对 Cd 和 Pb 的影响很大，酸度会降低其强度，你可以配两个标样，加酸的（尽量与测试样一致）和不加的，测一下强度。30%的酸会使两种元素强度降低 20%。
3. 标液配制时加等量的酸可以排除酸方面的干扰，回收率再达不到 100 的话就是基体其他原因干扰了
4. 如果样品的酸度和酸的种类与标准差异比较大的话也有可能
5. 酸度尽量相同，要不就是基体干扰