ICP-OES 操作手冊(操作前請詳閱)

115.01.01 修正

一、 本儀器收費 350 元/30min(環工所)，500 元/30min(外系)開始使用電腦或安裝相關耗材即開始起算，請確實登記使用紀錄表的起迄時間，經查登記不實者,通報老師取消資格。

二、 樣品限制 ：非溶液樣品需先溶解或消化為溶液，並經過 0.45μm 濾膜過濾，避免霧化器阻塞。樣品總金屬濃度低於 1%，太高濃度的樣品會讓霧化器阻塞或炬管燒熔，請自行負責。

三、 液氮桶液位低於 1/4 時，請通知江技士通知廠商並在紀錄表上登記已通知。

四、 自行準備物品：

(1)請自行準備霧化器及炬管

(2)請自行攜帶血清瓶裝 DI 水或 3%硝酸

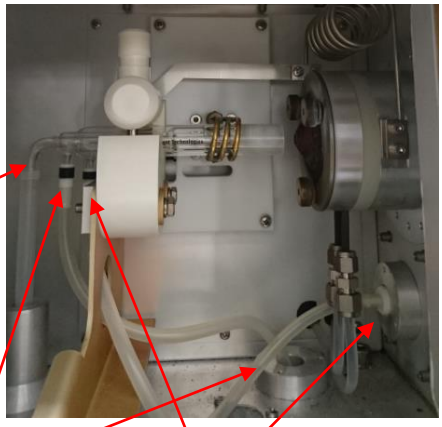
(3)準備兩管 3%的硝酸當作樣品檢測以清洗管線及霧化器，避免鹽類沉積

五、 安裝程序(請確認安裝妥當再實驗)

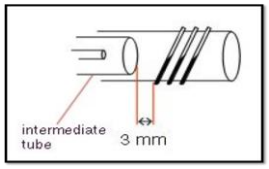
1. 安裝炬管並確認炬管安裝妥當

(1)打開炬管架炬管夾

小心將炬管水平置入線圈內，由左到右依序安裝霧化氣流管(左)、輔助氣流管(中)、電漿氣流導管(右)



(2)調整炬管位置距離感應線圈 3-5mm 範圍內

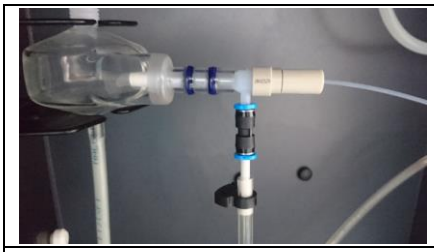


(3)關上炬管夾(將炬管夾放下並將旋鈕往下壓後轉 90 度)

(4)請裁切新紙片檢查炬管與線圈是否有接觸(有接觸的話會造成炬管燒熔)

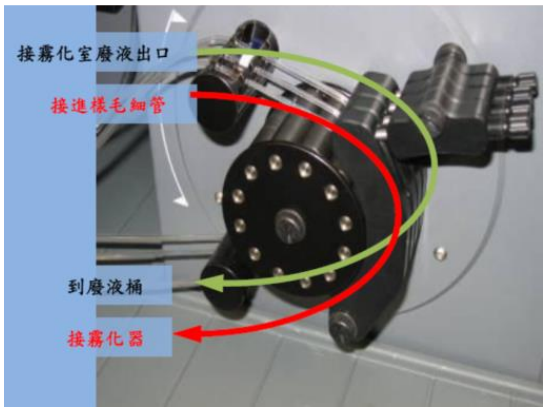
(5)請檢查一下安裝的這些管線是否連接密合或破損

2. 安裝霧化器

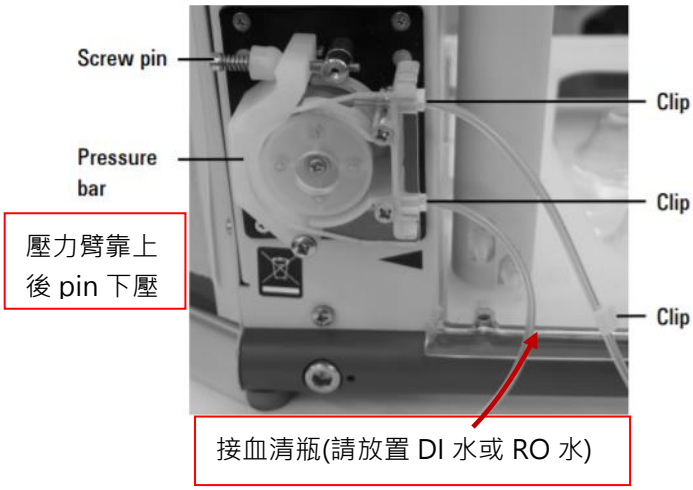
	1. 氬氣黑色接桿直接插入霧化器下方快速接頭
	2. 將霧化器本體用旋轉方式旋入霧化室並插至底部
	3. 將蠕動管線進樣口安裝在轉接頭上 4. 安裝完成請留意放置支撐霧化室的左側黑色鐵板是否擺放垂直

3. 安裝蠕動管路：包含廢液管及進樣管
廢液管路請使用最裡面的位置，樣品管路請使用最外側的位置，中間軌道請勿使用，藍白或黑白的 clip 請要放在凹槽內，勿過度拉緊管線
4. 安裝 Autosampler rinse pump 管線(黃色)，請注意管線有兩段，請判斷一下狀況輪流使用 (不要將轉速調過快，轉速位置固定在 12 點鐘方向)

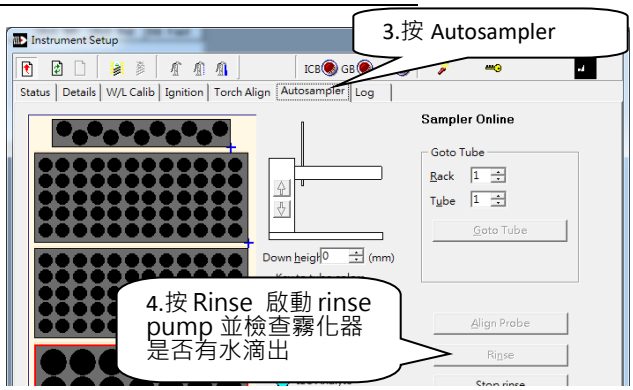
進樣及廢液管路安裝示意圖



Rinse pump 管路安裝示意圖



5. 安裝完成後管線測試：
安裝妥當後請開啟軟體，啟動 pump 及點選工具啟動 rinse 開始進水，若霧化器持續有水滴出，表示安裝正確，若無水滴出，請逐段檢查，包括血清瓶是否有出水，管線內是否有空氣，各管線接頭是否會漏水等問題。



※霧化器沒有水滴出時請檢查是否裝顛倒?管線有破損?管線沒在軌道內?霧化器塞住?

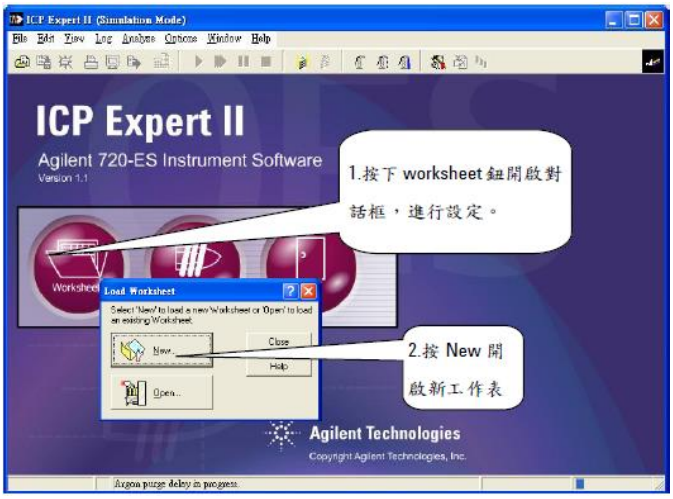
6. 開冷卻循環水系統
7. 開液氬 (可以一進實驗室就先開液氬)
(1)選擇使用中的液氬瓶(未掛空瓶指示牌或下方吊牌顯示開的那瓶)
(2)逆時針用力旋開鋼瓶上方 2 個**綠色旋鈕** 180°並檢查牆上的壓力表是否有上升。(顏色要看清楚，不要轉錯，並請檢察牆上的壓力錶指示是否正確)
(3)標示 ICPOES710 開關閥逆時間旋轉至與管線平行後,可以開通氣體管路
(4) 鋼瓶液位指示在 E 時，還可分析許多樣品，請打至熄火後再切換鋼瓶
- 切換鋼瓶方式: 請順時針關閉連接空瓶的牆上壓力控制旋鈕，並掛上閉指示牌，另外逆時針旋開另一個氣體鋼瓶的控制鈕，並掛上開指示牌

8. 檢查樣品架擺放妥善並放置標準品及樣品(請勿使用過細的容器，並且勿任意對調檢量線架)

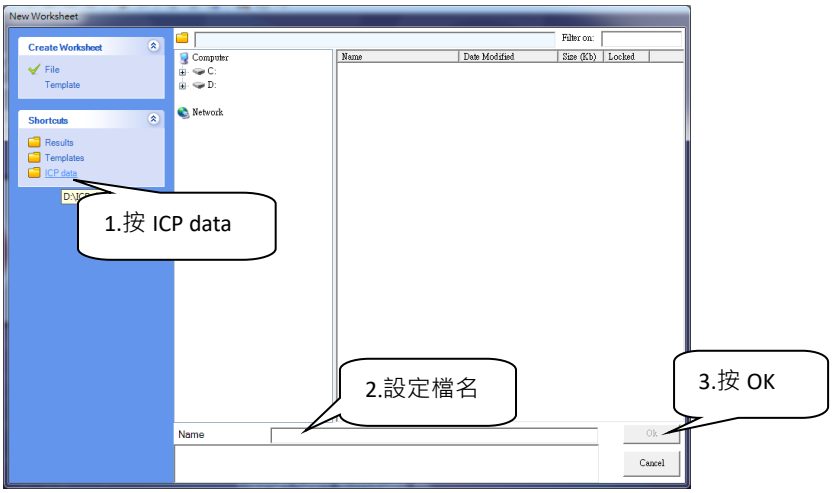
六、 軟體操作

1. 開軟體(ICP expertII) :點選桌面

2. 建立工作表: 按 worksheet-->New 新建方法或 Open 開啟舊檔

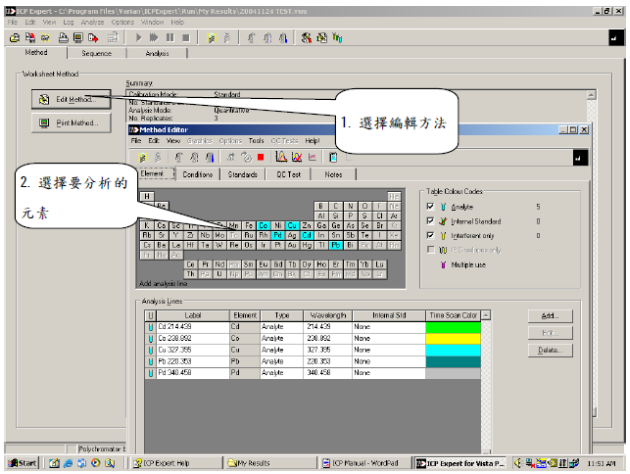


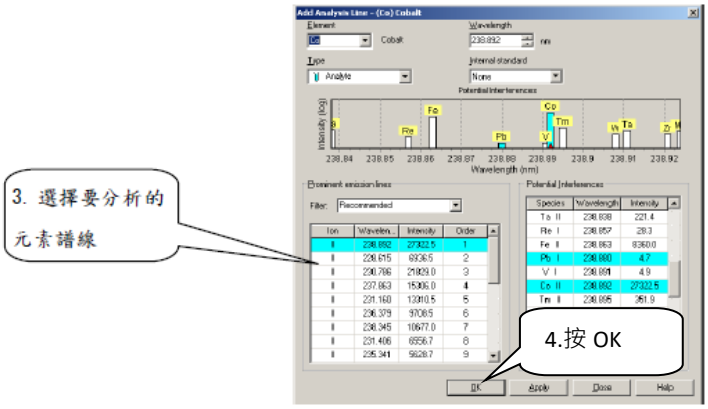
3. 選擇 ICP data 資料夾-->設定檔名及路徑後按 OK



4. 設定方法:

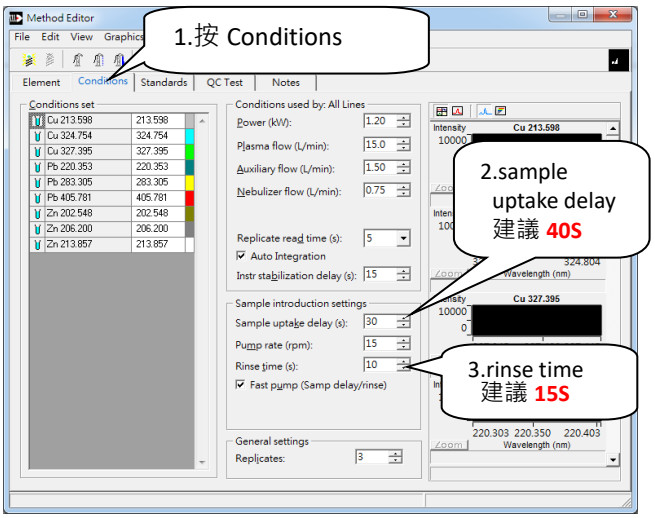
(1)在 Method 頁面，選擇 Edit Method (一般每個元素建議選 3-4 個波長段)





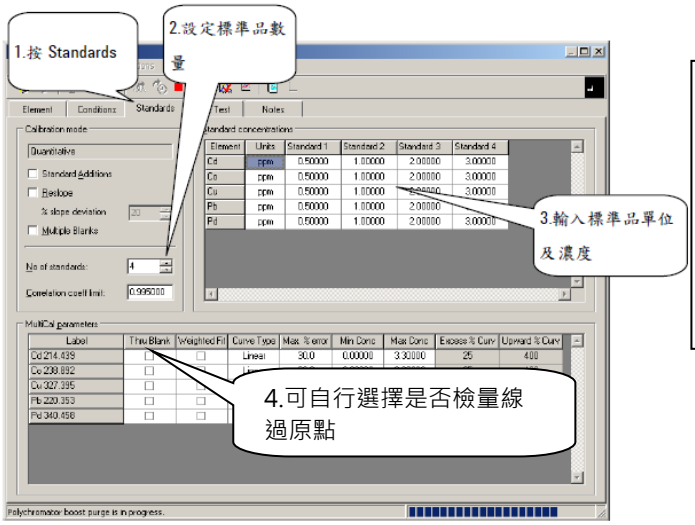
Ion：若標示為I為原子譜線，標示為II為離子譜線。
Intensity：相對的訊號強度。
Order：欄位為軟體建議使用的次序。

(2) Condition 頁面設定分析測試條件: 按 Condition



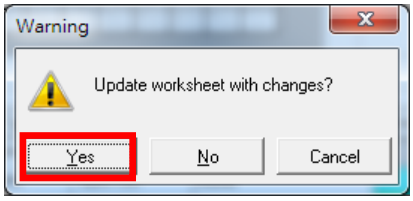
1. 按 Condition
2. sample uptake delay 建議 40s (若霧化器的管線比較長，即買來沒有裁切長度的話，請用 45s)
3. rinse time 建議 15s (如果樣品濃度高，需要再自行評估一下潤洗的時間)

(4)Standard 頁面設定標準品: 按 Standards



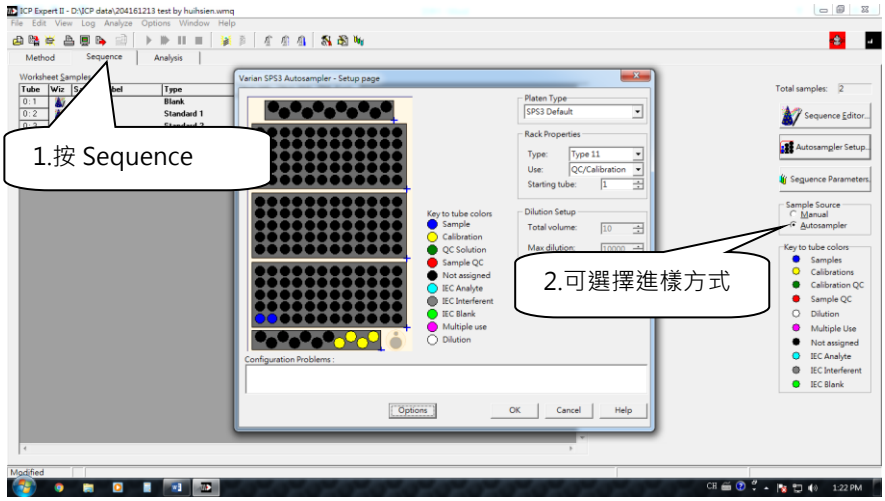
1. 按 Standards
2. 設定標準品數量
3. 可修改標準品單位及輸入標準品濃度
4. 可自行選擇是否過原點

(5)完成所有設定後按 X 跳出畫面，按 yes 儲存



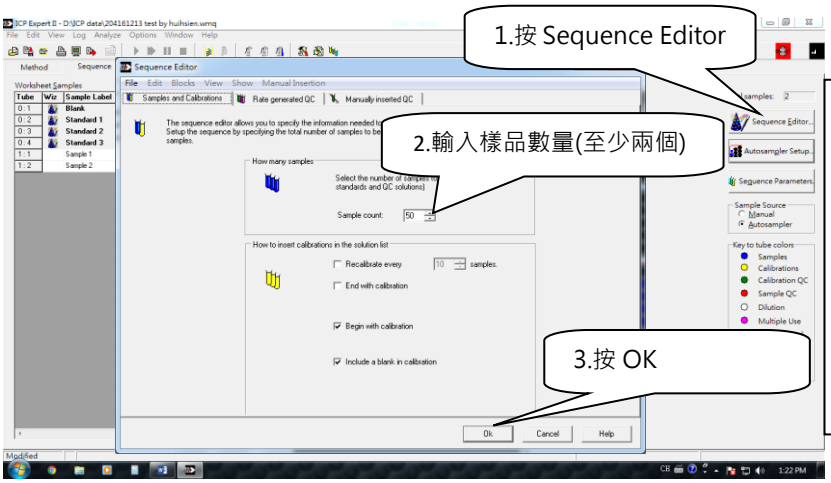
5. 設定 Sequence 分析程序: 按 Sequence

(1)在 Sequence 頁面



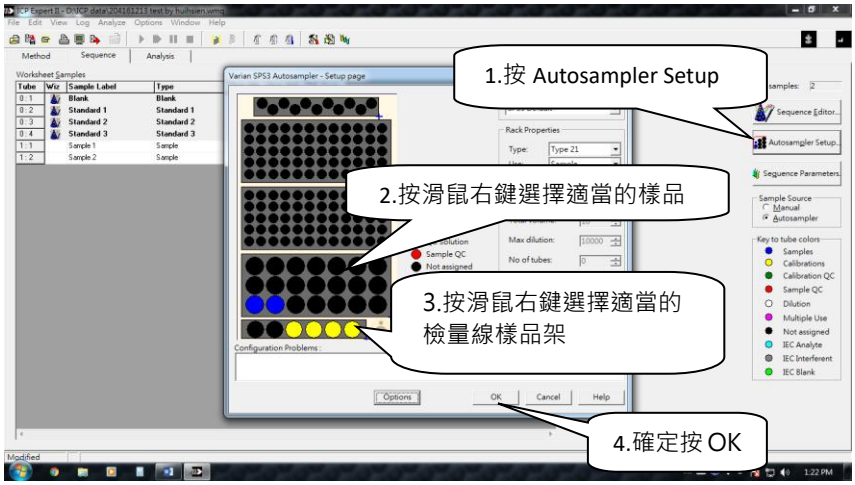
1.按 Sequence
2.可選擇進樣方式 手動或自動(使用自動進樣器請選 Autosampler

(2)按 Sequence Editor 進入分析程序設定



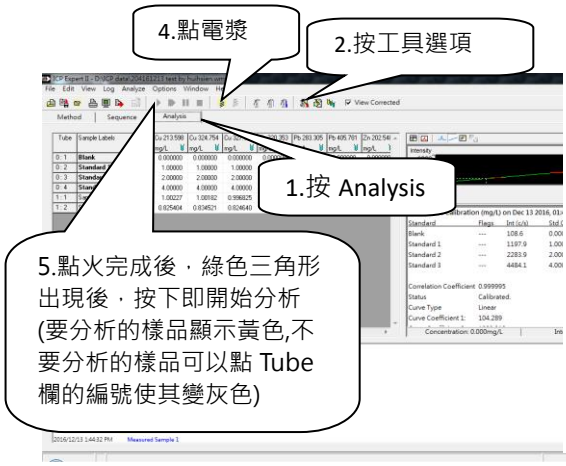
1.按 Sequence Editor
2.輸入樣品數量(至少 2 個，建議可設定多一些，後續可增加上機樣品）
3.按 OK

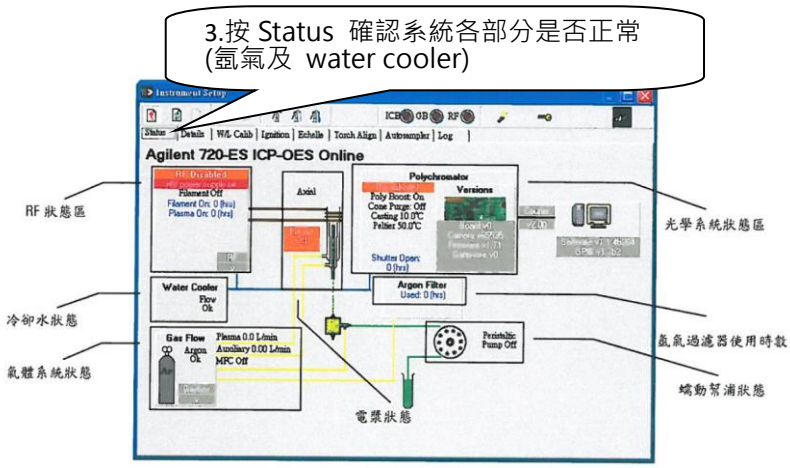
(3)設定自動進樣器(自動進樣器說明請詳後面自動進樣器篇)



1.按 Autosampler Setup
2.選擇適當的樣品架
(勿用過細的容器，進樣針撞到東西容易損壞)
3.水槽旁檢量線架選擇 Type6 或選擇 Not Fitted，改使用對面的細樣品架 Type11
4.確定按 OK
※請勿移動檢量線架

6. 點火及樣品分析





※※※點火前再次確認 氣體、抽風機、冷卻系統均開啟
※※※點火前再次確認管線安裝正確，霧化器是否有水滴滴出

注意事項：(很重要請詳閱)

一、 點電漿時，請務必在觀測窗前監看電漿點起情形，若有異常狀況(例如電漿線圈附近有紅紅的時候) ，請立即按儀器左下角緊急熄火按鈕。(若是非線圈的附近紅紅的,隔一下就消失的話沒有關係)

二、 點電漿成功後，請確認電漿穩定不閃爍及請確認霧化器內霧化狀況正常再按下分析。

三、 點火失敗，請仔細看錯誤視窗的內容(必要時拍照 mail 給技士)並依序檢查下列內容是否正常

(1)炬管的軟管是否裝顛倒或炬管還有水

(2)霧化器是否塞住

(3)進樣管線是否裝顛倒或是沒有放在軌道內或是有破

(4)若出現 low argon pressure，請檢查氣體是否打開或開大一些?

(5)有時候是電漿室的門沒關好→那就關好他

(6)有時候是等待時間太久→再點一次試試看

四、 燒炬管的原因如下：請同學實驗前再次檢查妥當

a. 霧化器塞住：點完電漿後要注意霧化室內的霧化情形

b. 太長時間沒有進樣: 起因為管線裝顛倒、霧化器塞住、沒有抽到樣品或 DI 水

c. 進樣系統有漏氣：霧化器與霧化室連接處、霧化器下的快速接頭、transfer line 上下兩端的密合度、連接炬管的矽膠管是否破裂或鬆動漏氣

d. 炬管本身的問題：炬管接觸到工作線圈、積鹽及炬管內有水造成異常受熱、線圈與玻璃炬管的距離異常(正常距離為 3-5 mm)

五、 感度異常：通常是進樣系統有問題

(1)檢查霧化狀況

(2)檢查管內是否有空氣

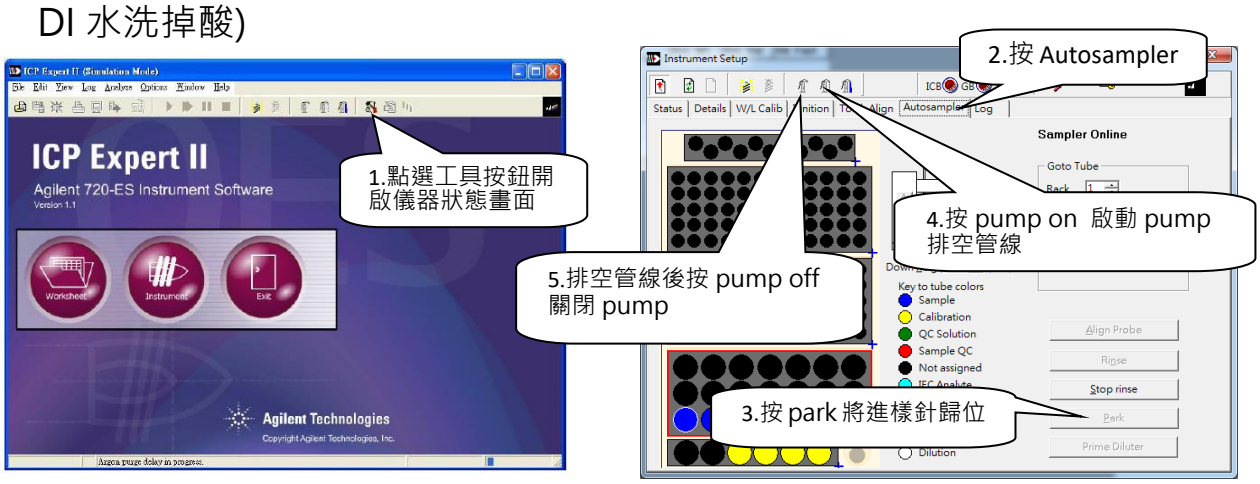
(3)換霧化器試試看

(4)蠕動管線是否安裝正確

7. 分析完成，資料匯出：結果可複製至 excel 中存檔(請自行存在桌面各實驗室的資料夾)或可以從 File→Report setting→按 print 儲存成 PDF 格式

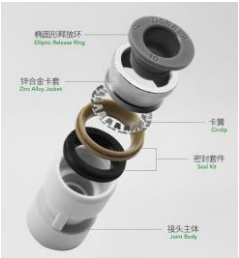
七、 關機程序

1. 確認已經以 3%硝酸當樣品打 2 針，電漿點著時清洗霧化器 1min。
   按 關電漿
2. 排空管線 (請務必排空管線，若你使用酸當 DI 水清洗管線，最後仍請再使用 DI 水洗掉酸)



3. 關電漿後等 5 分鐘再關冷卻循環水。(會有警告訊息出現，把視窗關掉就好)
4. 關液氬:順時針關閉兩個綠色的旋鈕及開關閥轉至垂直，務必關好，不然氣體會漏光。
5. 關抽風機及關閉軟體。
6. 鬆開進樣系統蠕動壓力臂，並將蠕動管由固定器上鬆下。(請一定要鬆管線)
7. 鬆開 rinse pump 壓力臂並將管線由固定器上鬆下。(請一定要鬆管線)
8. 拆霧化器
   a. 請旋轉方式滑出霧化器，這樣 Oring 太緊時才不會掉出凹槽
   b. 拆霧化器下方黑桿時，請用拇指及食指將藍色橢圓釋放環往快速黑色接頭本體處按壓後將黑桿直直拔出，請勿轉動

旋轉拔出造成快速接頭內的卡簧刮傷黑桿變成粗糙，易造成漏氣

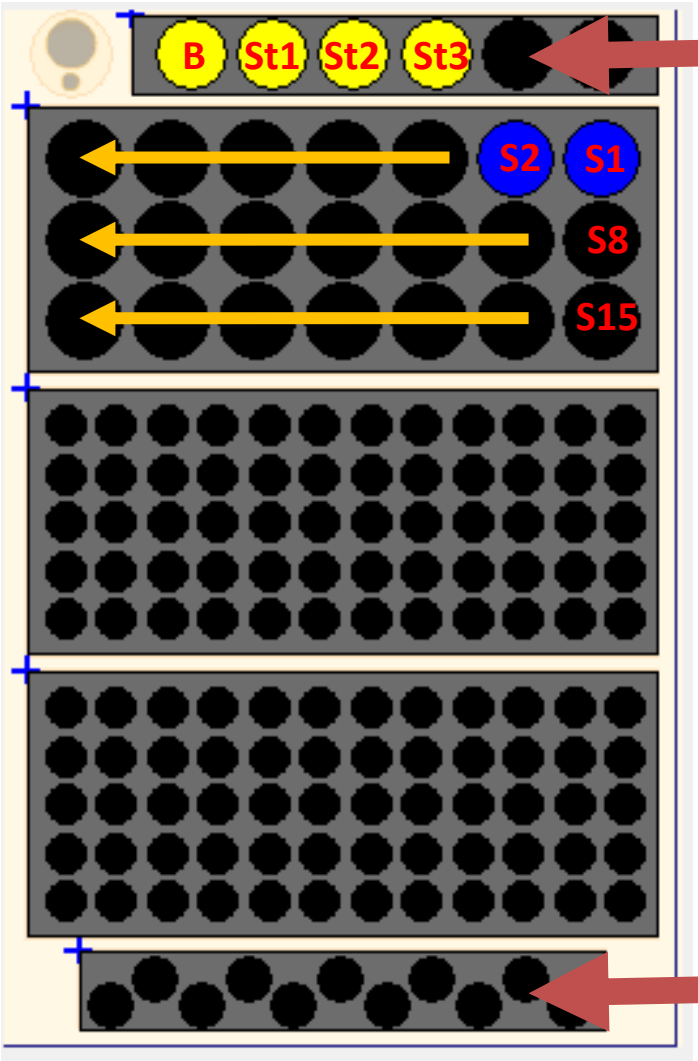


9. 拆炬管 ：先取下霧化室→將霧化氣流管垂直卸下直接垂直放著 →在壓力臂還固定時卸下輔助氣流軟管及電漿氣流軟管→最後解開壓力臂將炬管小心拿出，並將霧化室及霧化器氣流管歸位 (電腦桌面有拆炬管的影片，請自行觀看)
   (請務必要照此方法取下炬管，不然線圈容易撞到而變形)
10. Autosampler、電腦、ICP 主機不用關，可以保持待機狀態

重要注意事項：

1. 樣品一定要以 0.45μm 濾膜過濾後上機，肉眼不可以見到懸浮物體。
2. 進樣系統進無機樣品，有機樣品請先自行消化處理再上機。
3. 請自備炬管，炬管清洗方式：以 1:1 硝酸浸泡 overnight，用 DI water 清洗乾淨後晾乾 (可放 hood 抽風抽乾，必要時用吹風機冷風吹乾或空壓機氣槍吹乾，切勿烘及超音波震盪，石英管會破損變形) 上機時炬管內不可以有水 (使用空壓機氣槍吹的同學使用完畢務必關閉空壓機及洩水洩壓)
4. 霧化器是石英玻璃管，所以切勿用 HF 酸洗。
5. 檢量線架勿對調。
6. 拆霧化器需注意相關事項避免 oring 掉出或拔出霧化器時扭轉將黑桿磨損。
7. 拆炬管需遵造使用手冊上的順序以避免讓線圈歪掉。

自動進樣器篇 (注意第 1 根一定是放 Blank,檢量線數目是不含 Blank 的唷!!)



靠近 Rinse tank 處
固定放粗的檢量線架(TYPE 6)
請不要隨意更動,
autosampler 容易撞到管壁
若不放置，請按右鍵選擇
NOT Fitted

對面固定放細的檢量線架
設定方法：請按右鍵選擇
Type 11

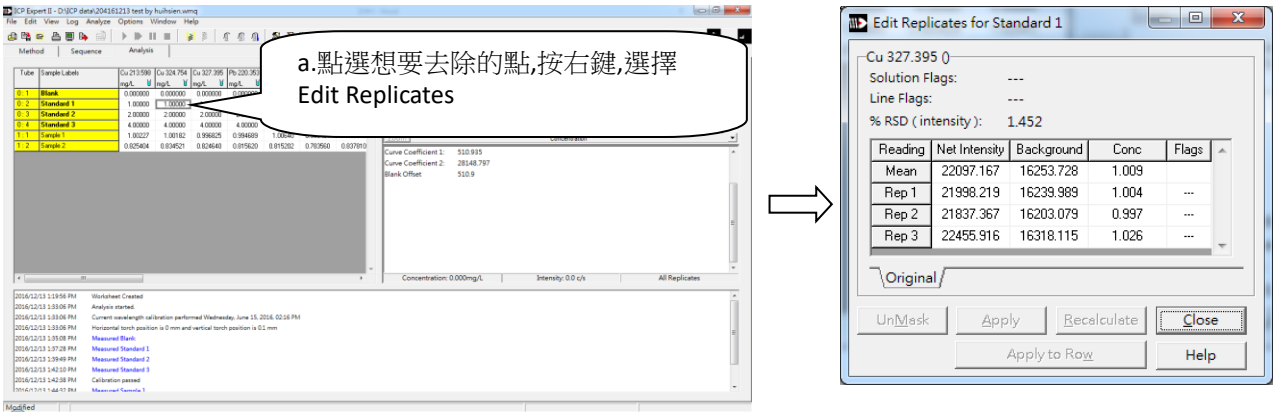
數據檢查及檢量線修正(刪除檢量線其中一點)

1. 建議在打檢量線前面幾針時，可將數據從濃度切換成 intensity 或至各數據點按右鍵,選擇 Edit Replicates 檢視感度的三重複及 RSD 是否偏差太大

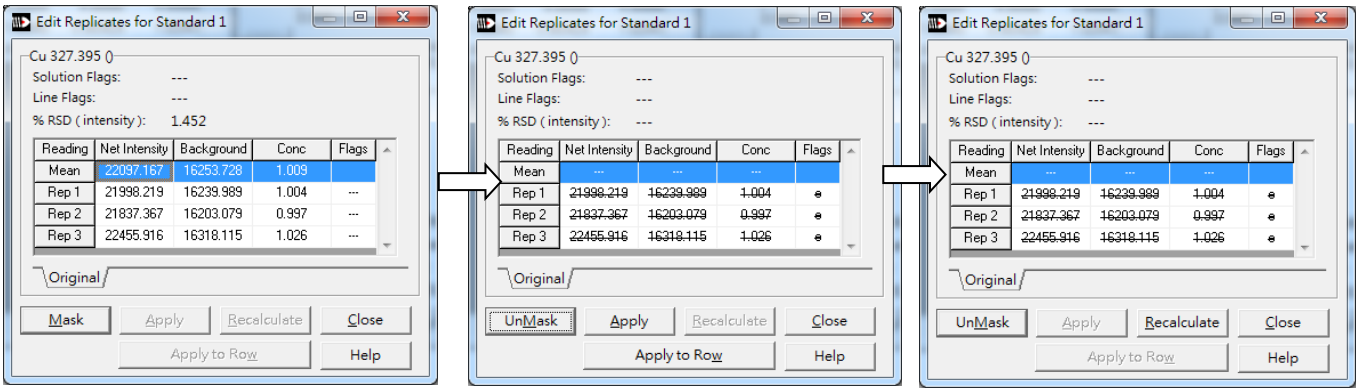
2. 如果檢量線只有某一點偏離太大，如果妳知道是明顯配錯，可以重配、重新分析這一個點，軟體會幫你重新計算

3. 也可以在軟體內直接刪除該點 (記得檢量線的點數的規定)

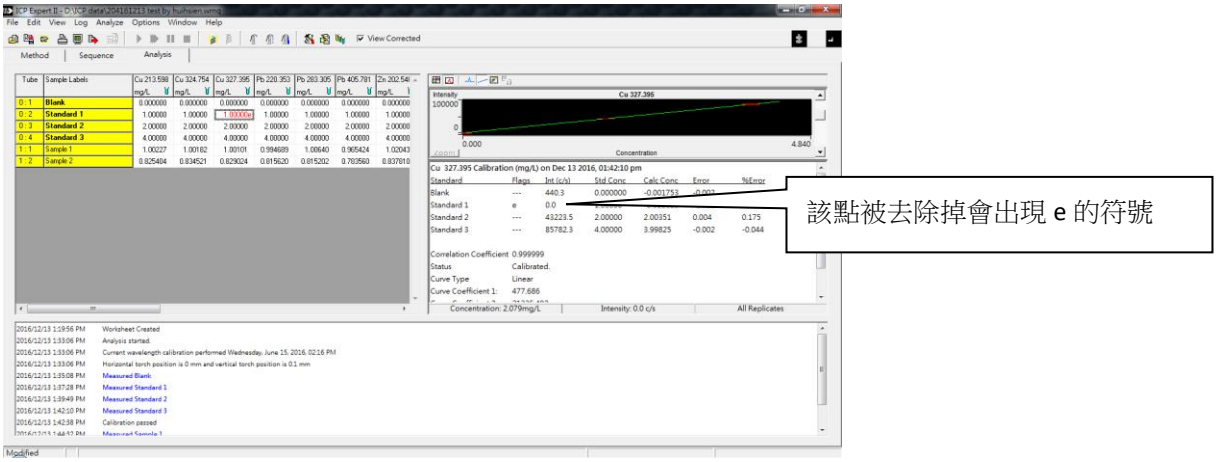
   a. 點選想要去除的點，按右鍵，選擇 Edit Replicates



   b. 點選想要去除平均值或 Rep 1-3,點選 Mask→按 Apply→按 Recalculate



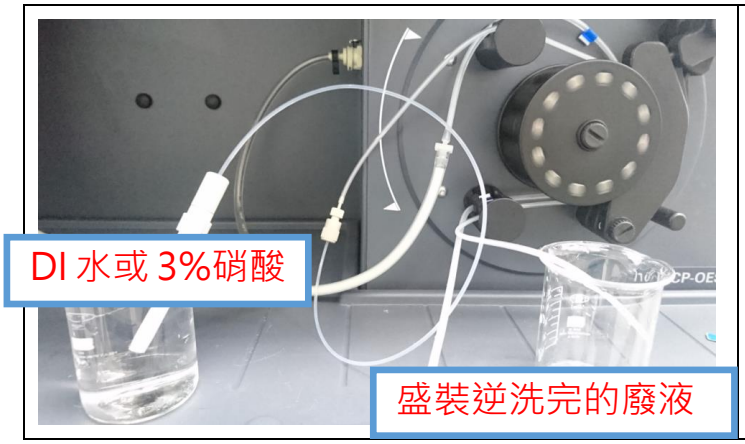
   c. 得到修正後的檢量線



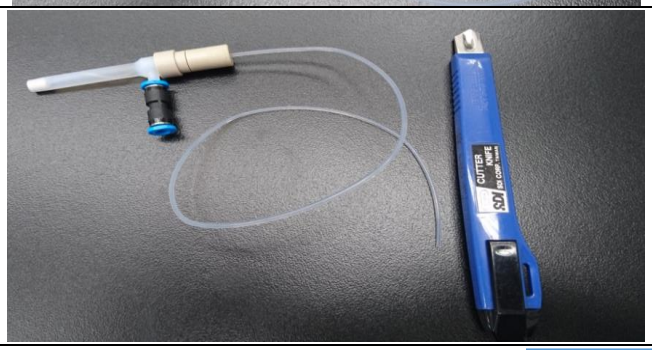
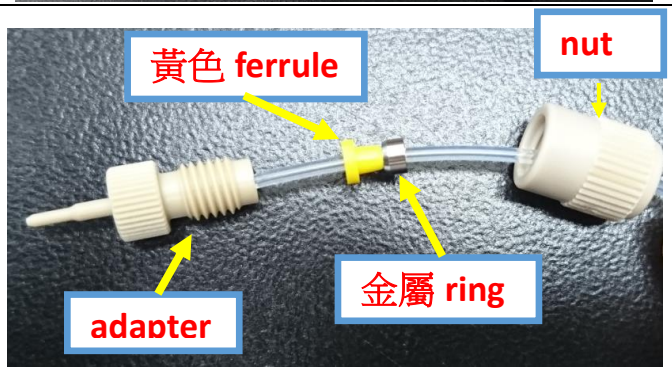
霧化器篇：

未過濾樣品、樣品濃度太高造成鹽類析出、未妥善清洗霧化器都會容易造成霧化器阻塞，感度不佳，

若明顯感度不佳，可以下列方式「逆洗霧化器」，(不保證可以恢復，救不回來就要買新的)

	請準備 2 個乾淨的燒杯， 1 個裝 3% 硝酸， 1 個盛接清洗後廢液 將蠕動進樣管安裝方向顛倒，霧化器吸 3% 硝酸洗霧化器，至另一個燒杯排掉

霧化器零件組裝(霧化器新品不會組裝的同學可以請江技士幫忙組裝)

	請將連接霧化毛細管旋鈕旋接霧化器主體
	將毛細管量測適當長度(約 35 公分)後以美工刀切斷(請勿用剪刀，會把截面積壓扁) 若無裁切毛細管，進樣的時間要適當增加
	進樣轉接頭安裝方式 將連接霧化器的毛細管穿過圖中右邊的 nut，再穿過金屬環(注意金屬環平面處朝向 nut，再穿過黃色 ferrule，靠上 adapter 後鎖緊即可