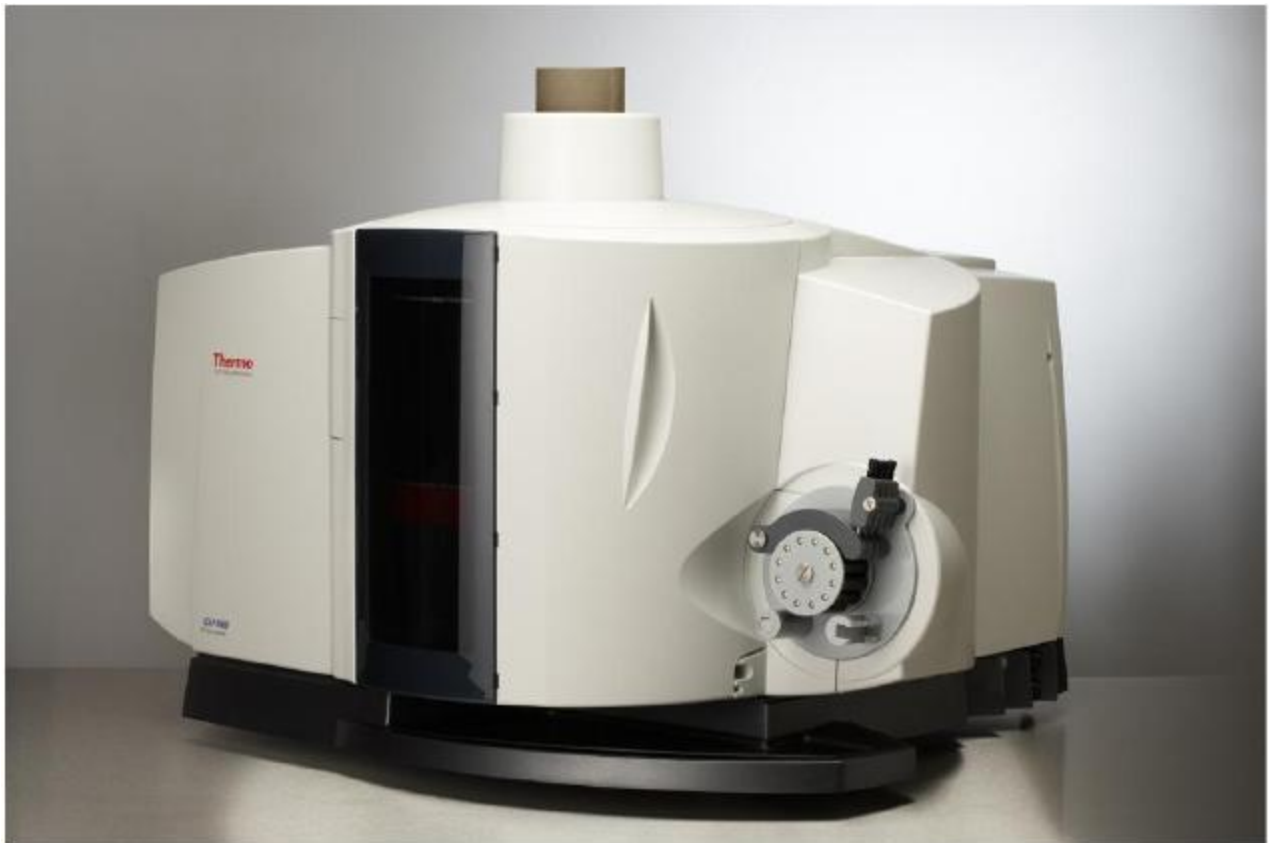


感應耦合電漿發射光譜儀

iCAP 6000 Series

操作步驟



樂盟科技有限公司

Joy Allied Technology Inc.

1. 原理簡介

感應耦合電漿原子發射光譜法（Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry, ICP - OES）對水樣中多元素進行分析時，樣品先經霧化器霧化後形成霧狀細粒藉由載流氣體送入電漿焰炬，再經由高頻無線電波感應耦合電漿的加熱，使霧狀樣品受熱而起一系列的去溶劑、分解、原子化／離子化及激發等反應。由待測元素受激發的原子或離子所放射出之光譜線，經光柵分光產生各特定波長的發射譜線，並由光電元件 CID 偵測，即可對各元素進行之定性及定量分析。

本方法具有快速、靈敏及精密的分析特性。分析時存在的干擾可分為光譜性干擾和非光譜性干擾；非光譜性干擾又可區分為化學干擾和物理干擾。光譜性干擾可以變更所選擇的譜線以避開譜線重疊的干擾；量測時，為補償因光譜背景值之不同所導致之誤差，應針對背景值進行修正，背景扣除之位置，必須儘可能避免其它譜線的干擾，以具有與分析譜線位置相同的背景干擾程度為準。化學性干擾可以改變火焰溫度、載流氣體流量來降低化學性干擾；物理性干擾可以利用稀釋樣品濃度或內標準品的添加來克服的物理性干擾。

進行樣品分析前，所有水溶液或固態基質樣品，都需經適當的酸消化方法處理。對於基質複雜的樣品而言，可採用稀釋法，內標準法或基質匹配法（matrix-matched），進行定量測定的工作；盡可能以稀釋法對各類干擾進行校正工作。

2. 儀器設備

(1) 感應耦合電漿發射光譜儀 (ICP-OES)

光譜偵測系統為同時式或連續式，電漿觀測位置垂直(Radial)或軸向(Axial)觀測之型式。並須具有背景校正及波長校正的功能。

(2) 質流控制器 (Mass Flow Controller)

具有調節氫氣流量之功能。


(3) 蠕動幫浦

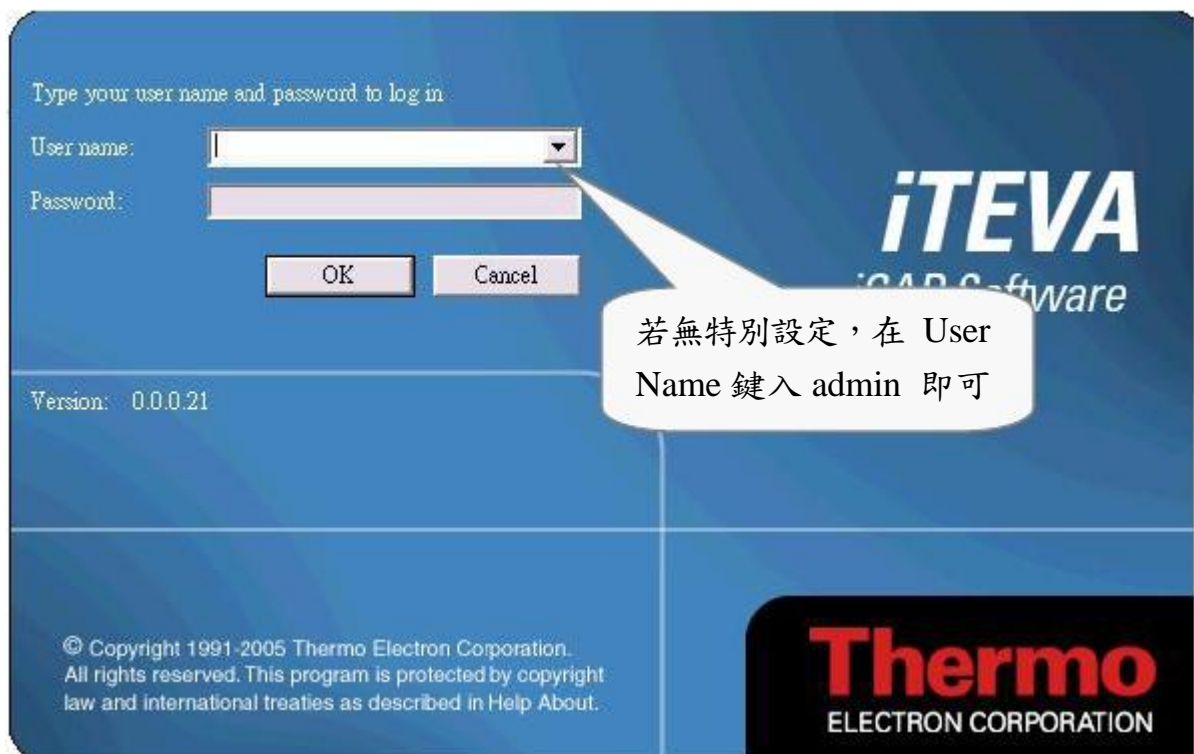
具有可調速度功能，以輸送樣品及標準溶液至霧化器。

(4) 自動取樣器

3. 操作步驟

3.1 儀器開關

- (1) 打開氫氣桶液氫之開關 (Valve)。
- (2) 打開氫氣開關閥門，使儀器內的氫氣壓力約維持在 90 psi 左右。
(注意：至少以 Normal 強度 Purge 光室 30 分鐘才能開冷卻循環水)
- (3) 打開抽氣罩之開關，並裝好蠕動 pump 之管線。
- (4) 打開冷卻循環水開關。
- (4) 打開電腦(螢幕)，點選 iTEVA  之 icon。出現圖(1)之畫面。




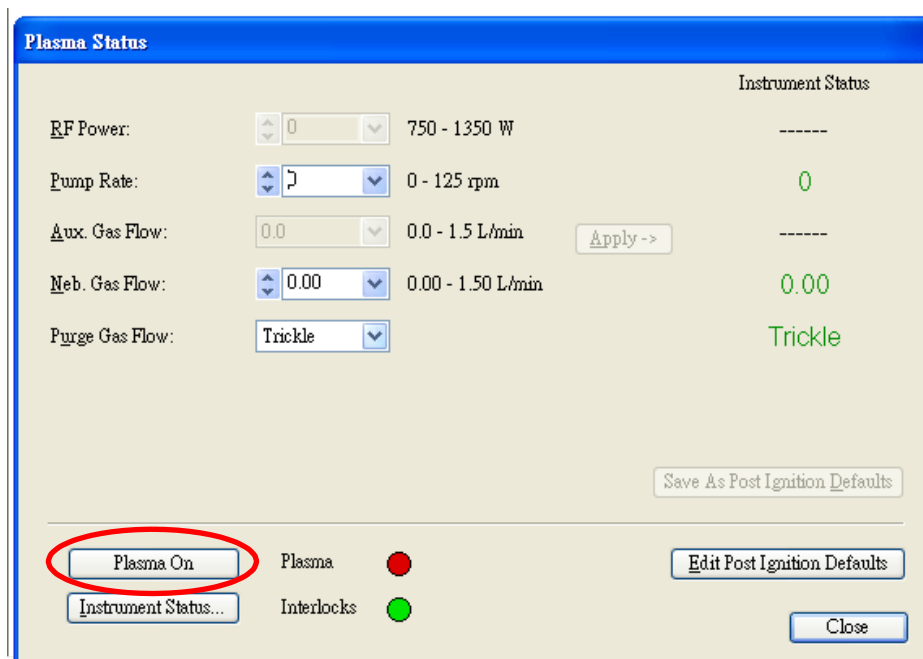
圖(1)

分別輸入使用者名稱及密碼之後，進入如圖(2)之 iTEVA 軟體畫面。



圖(2)

(5) 按圖(2)右下角中  點火的 icon (圈圈處)。即出現如圖(3)之畫面。



圖(3)

若 [Instrument Status...] 燈號為綠色，按 [Plasma On] 點火

若 [Instrument Status...] 燈號為紅色，可以點入即出現各個狀況如圖 4。



(圖 4)



圖(5)

點火之後，待 Plasma 的溫度穩定數分鐘後即可開始分析樣品。

- (6) 實驗完畢，在熄掉 Plasma 前，最好以 1% HNO₃ 清洗進樣系統約 2 分鐘。並將進樣的 tube 離開水樣，待所有廢液完全排出再鬆開蠕動 Pump。

- (7) 關機時，同樣按右下角  點火的 icon，出現如圖(5)的畫面。


按其中的 [Plasma Off] 即可熄火，其餘動作與開機動作相反。

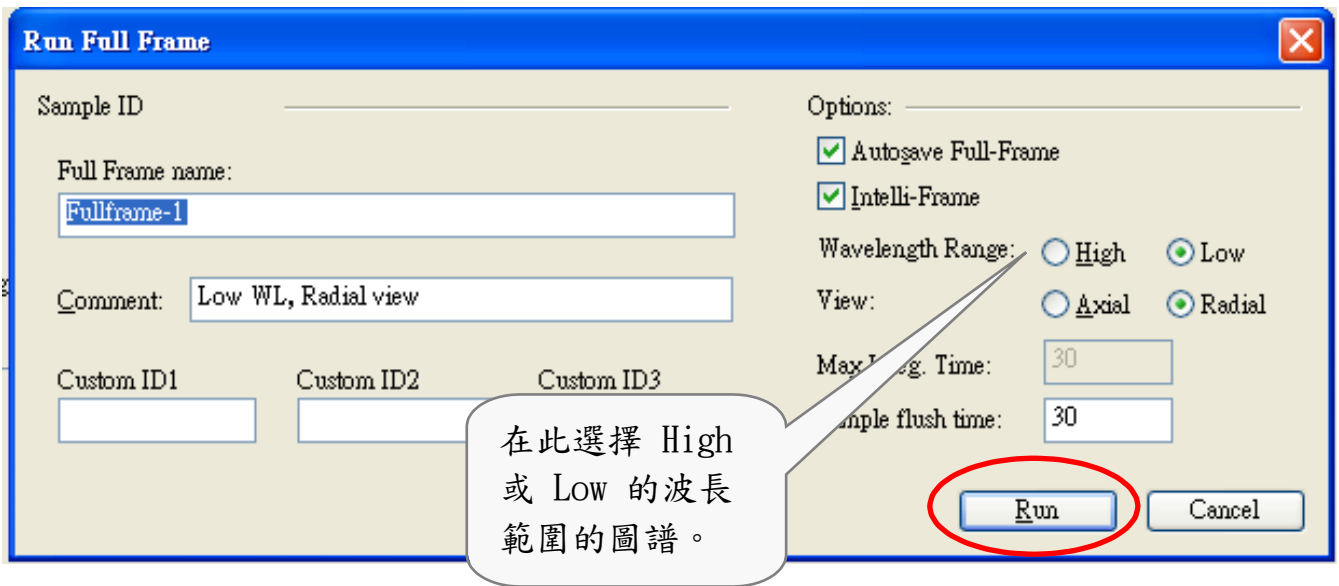
3.2 定性分析

定性分析包括偵測出待測物內含之元素及其分析譜線。而 iCAP 使用 CID 偵測器有一獨特的功能—可記錄元素的「fingerprint」，對於未知樣品的定性分析助益不少。

若是待測樣品之所含元素為已知條件，Full Frame image 可以看出樣品發射出來的完整圖譜；對於未知的物種可以由其出現的位置比對出可能的元素種類。

3.2.1 得到 Full Frame image

- (1) 先設一個 Method 選擇欲分析之物種及波長(詳細設定方法請參考 3.3.1 建立方法)，其餘實驗方法可於 Full Frame 完成後繼續設定。
- (2) 配置含有所有待測物種的溶液(濃度建議配置在 ppm 範圍)。
- (3) 由 [Run] 目錄下選擇 [Full Frame] 或是在工具列上點選  icon，即可進入圖(6)的視窗。



圖(6)

(4) 輸入樣品分析資訊 (如：Slit 在 UV or Vis 範圍、使用 Axial or Radial View 及樣品 flush time 等) 按下[Run]，待分析完成即可得到圖(7)之圖譜。







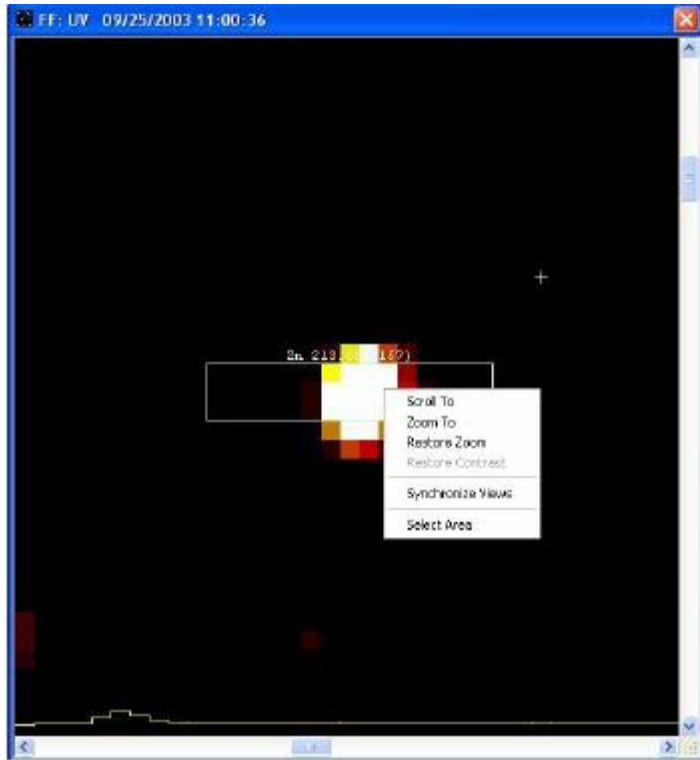
圖(7)

3.2.2 Full Frame 工具列


得到一張 Full Frame 圖譜後，可由上方的工具列中的選項來處理影像，工具列上的各個 icon 所代表的意義如下：

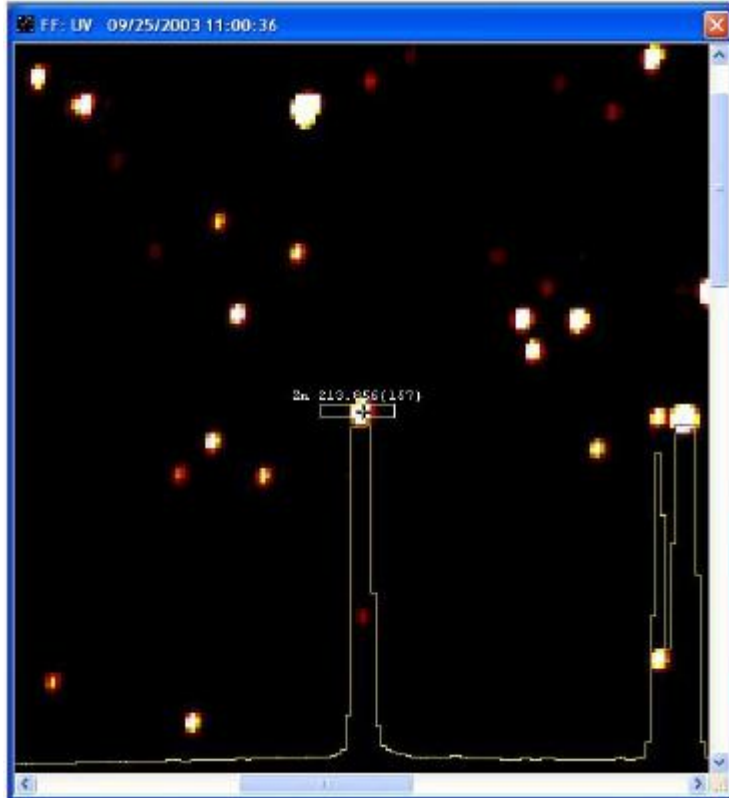
Icon	功能提示	作用
	Run Full Frame	得到 Full Frame image
	Zoom in	放大一個等級
	Zoom out	縮小一個等級
	Lighten	增加對比
	Darken	減少對比
	2d Plot	在圖上顯示 2d 圖譜
	Find wavelength	尋找可能元素

得到一個全圖譜之後，在圖像上的每個亮點皆代表一條譜線，我們可利用   調整圖譜的明亮度，或用   將欲觀察的特定元素波長放大、縮小或還原。可以得到如圖(8)的圖譜。




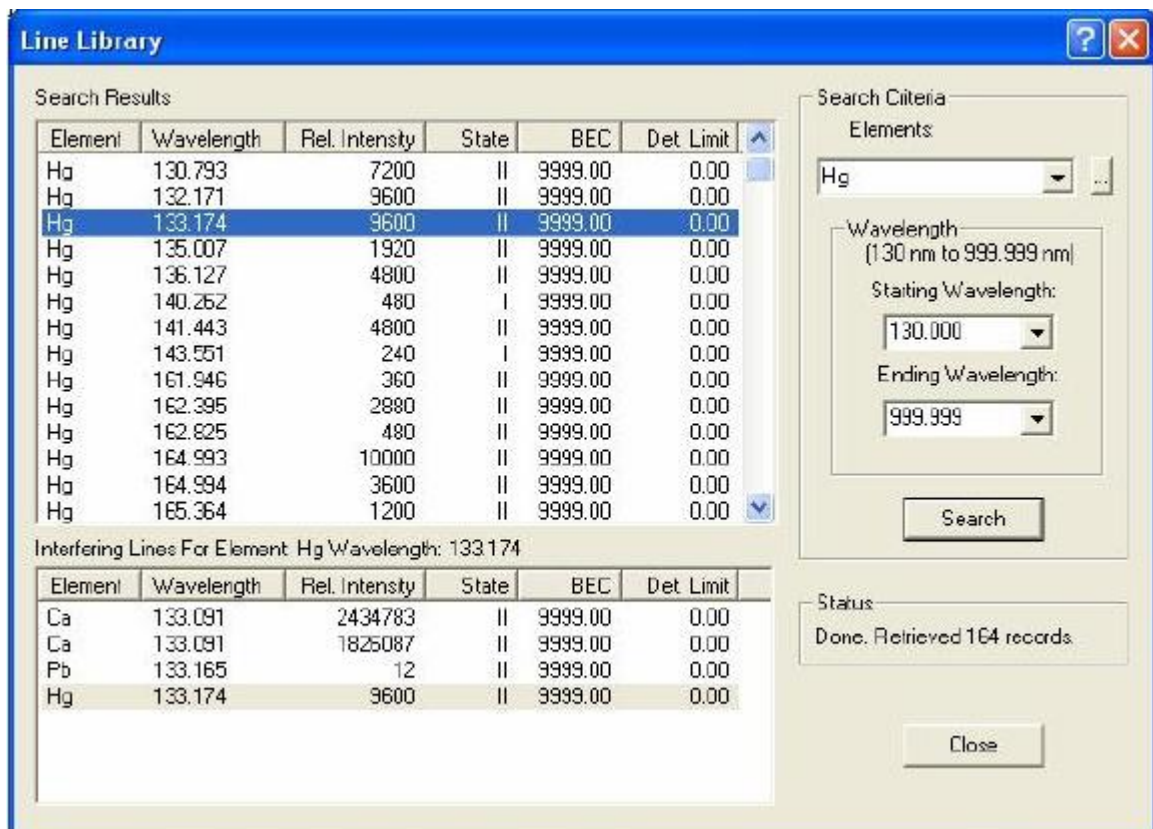
圖(8)

按下  可在 Full Frame image 上顯示 2d 圖譜，如圖(9)所示。



圖(9)

(4) 於分析未知樣品時，在圖像上選擇一亮點，可利用工具列中的  將其亮點相對應元素的波長示出，並可由如圖(10)所示的 [Line Library] 將會把與該波長相近波長的元素一一列出。




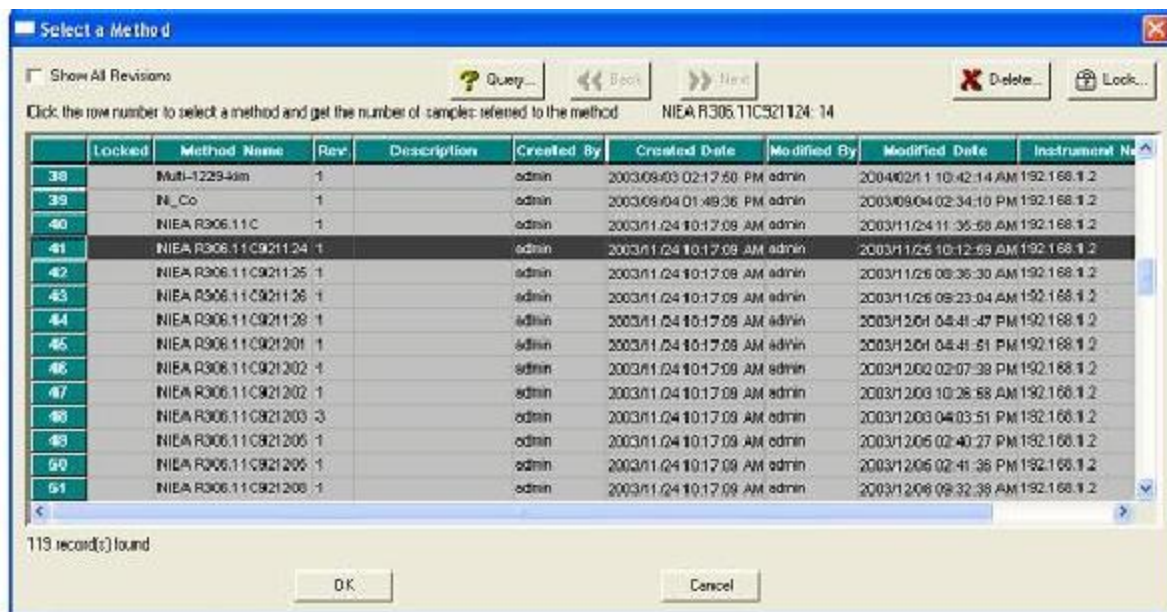
圖(10)

3.3 定量分析


進行定量分析時，通常必須設定一個分析方法，其中包含欲分析物種的譜線、儀器運作的參數、標準品的濃度等等條件，並可將一系列樣品的分析順序在方法中先設定好。

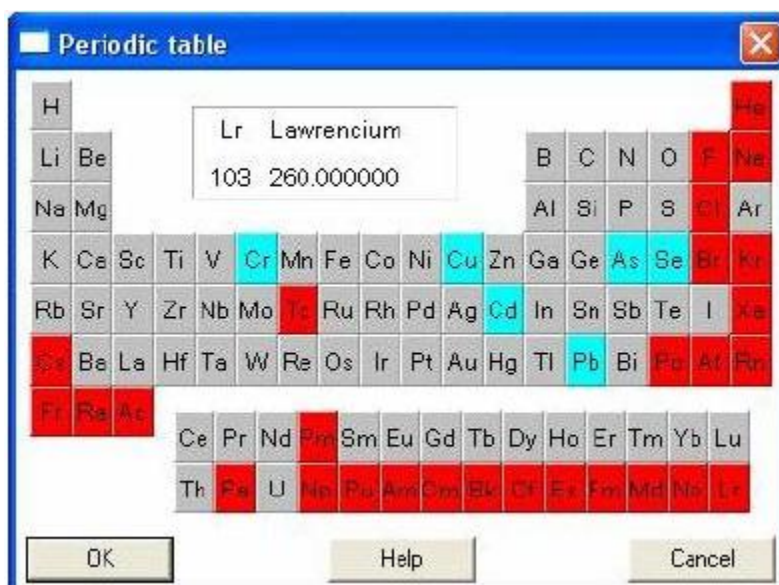
3.3.1 建立方法

(1) 定量分析時於圖(2)的畫面中，點選  icon，進入如圖(11)的畫面。針對欲分析的樣品選擇適用的方法。



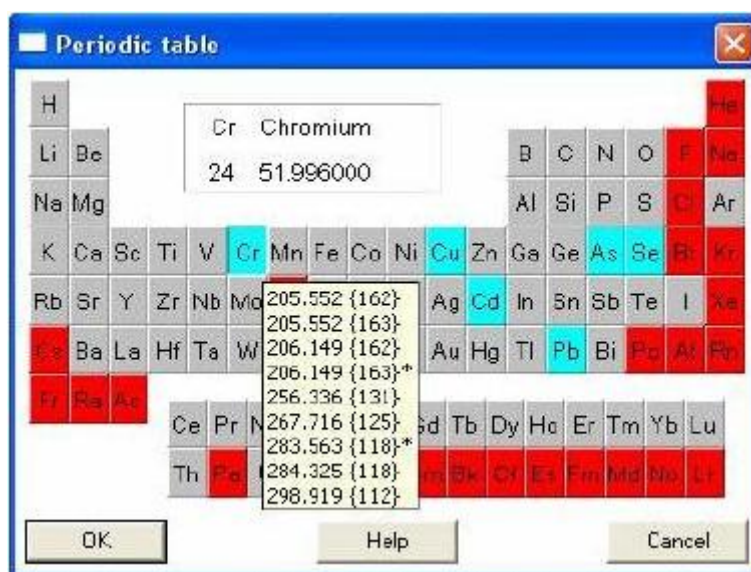
圖(11)

如欲建立新的方法則先[Cancel]掉上述視窗，點選工具中的[method]，選擇[new]方法則可開啟一週期表，或直接按下  圖示亦可開啟週期表，由週期表中可選擇欲分析的元素，如圖(12)所示。



圖(12)

將滑鼠游標移到欲分析的物種方塊，可看到相關物種的波長及級數。



圖(13)

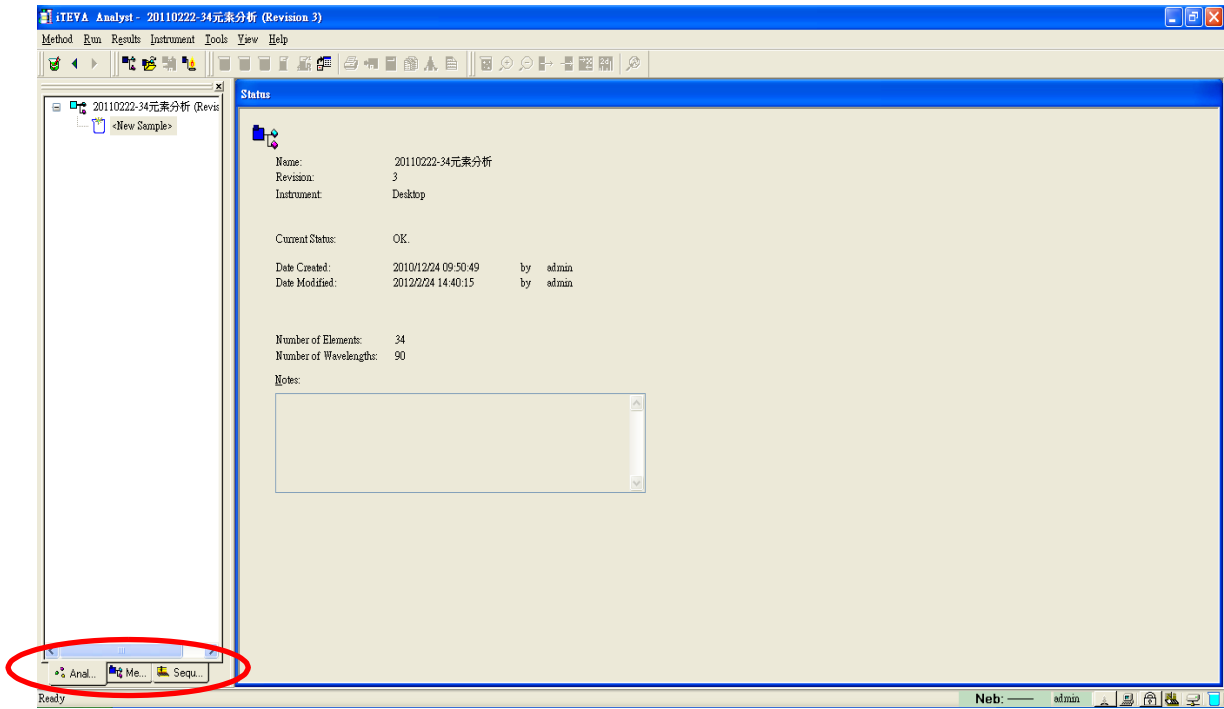
按下滑鼠左鍵可以進入以下視窗，按滑鼠兩次可以勾選欲分析波長。

Line	Rel int	State	Interferences for Cr (283.563)
<input checked="" type="checkbox"/> 283.563 {118}	1500000	II	Hf 283.514 II 1000
<input checked="" type="checkbox"/> 267.716 {125}	1000000	II	Ta 283.529 II 0
<input checked="" type="checkbox"/> 284.325 {118}	1000000	II	Mo 283.533 II 7000
<input checked="" type="checkbox"/> 205.552 {162}	500000	II	Rh 283.544 I 1197
<input checked="" type="checkbox"/> 205.552 {163}	500000	II	Fe 283.546 I 1800
<input checked="" type="checkbox"/> 206.149 {162}	400000	II	U 283.557 1500
<input checked="" type="checkbox"/> 206.149 {163}	400000	II	Co 283.563 II 3810
<input checked="" type="checkbox"/> 298.919 {112}	15000	II	Cr 283.563 II 1500000
<input checked="" type="checkbox"/> 256.336 {131}	3000	II	W 283.564 I 3500
			Ir 283.566 I 3235
			Fe 283.571 II 1200
			U 283.58 II 1500
			Ta 283.584 II 1000
			Ho 283.585 II 10000
			Sc 283.59 I 75000
			Fe 283.595 I 24000

Select Chromium OK

圖(14)

若你以滑鼠左鍵輕按欲分析的譜線一次，則該譜線的相關資料與可能干擾的元素皆會顯示在右側，如此可幫助我們選擇正確的分析方法。
選定待測元素之後可進入以下圖(15)畫面：



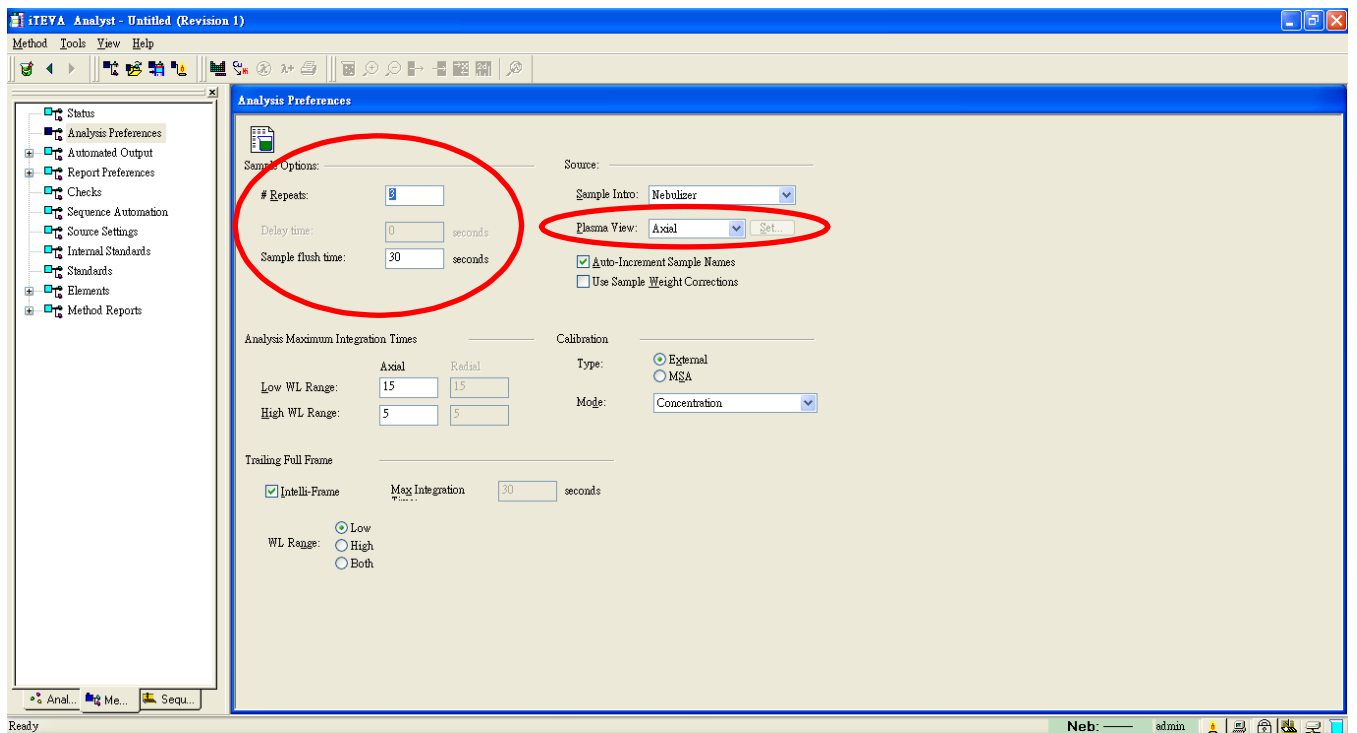
圖(15)

(2) 檢查儀器條件及設定

i) 點選如圖(15)左下方的方法視窗



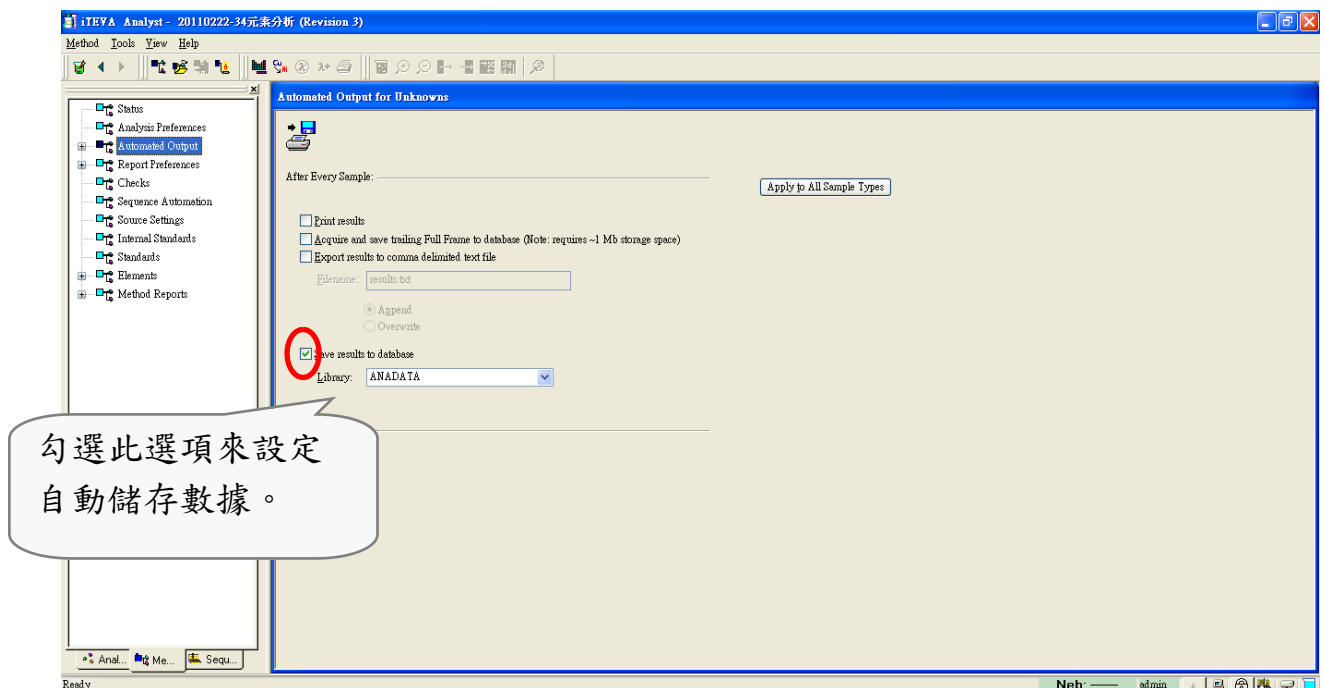
點選其中 [Analysis Preferences] 的視窗出現如圖(16)的畫面。



圖(16)

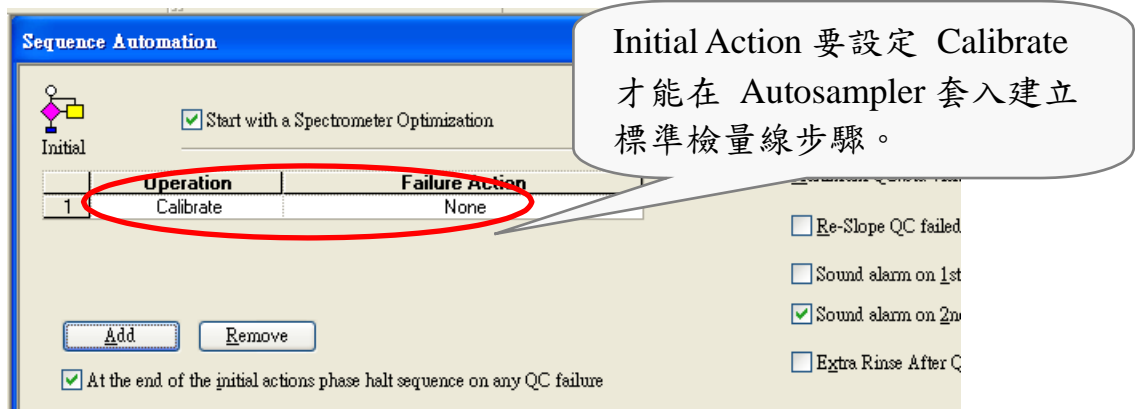
ii) 在圖(16)的[Sample Option]中輸入樣品重複取樣次數、注入時間及延遲時間。在[Source]中選擇側向(Radial)或軸向(Axial)之譜線觀測方式。

iii) 點選其中[Automated output]的視窗，出現如圖(17)的畫面，在Unknowns、QCs、Blanks、Standards、Recoveries 等分析實驗選項皆勾選[Store result to database]選項，可在每次實驗後可自動將數據儲存到資料庫。



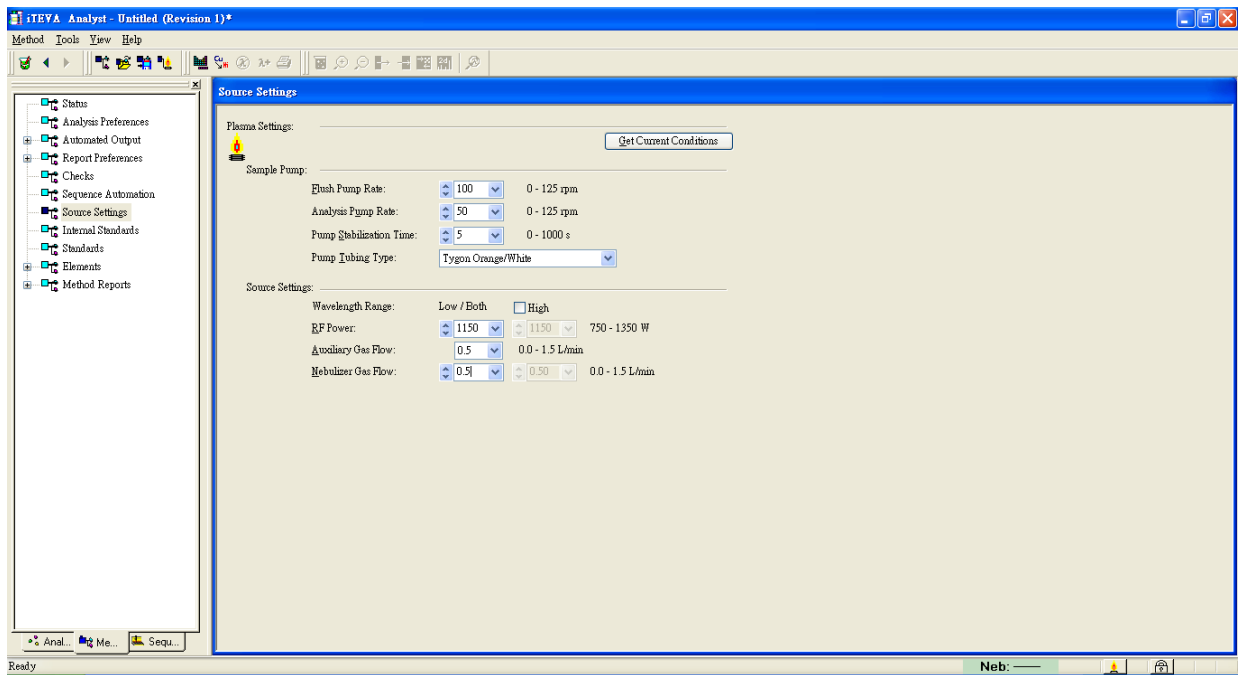
圖(17)

iv) 若有使用自動取樣器時點選其中[Sequence Automation]的視窗，[Initial Action]設定實驗流程，選擇[Calibration]設定在樣品分析前先跑檢量線(圖(18))。



圖(18)

- v) 點選其中[Source Setting]的視窗出現如圖(19)的畫面，依照分析樣品的特性來設定，其可設定的參數有蠕動 pump 的轉速、霧化器與輔助氣體的流速、操作的瓦數等 Plasma 的參數。

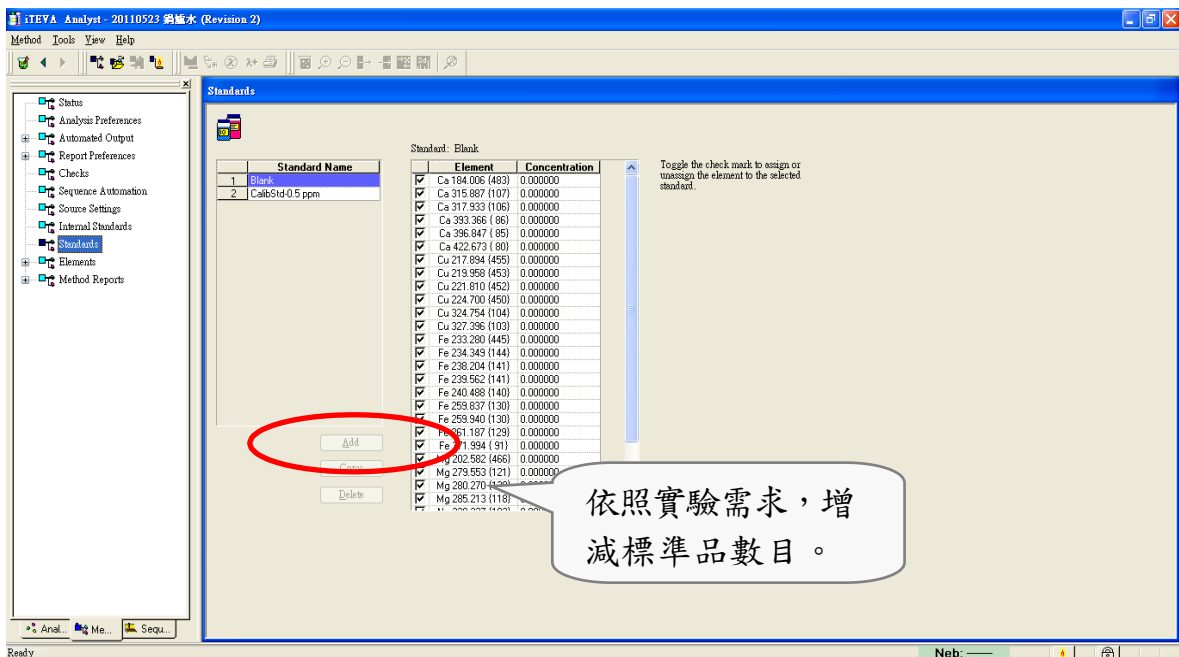


圖(19)

其中，各項設定的參考值如下：

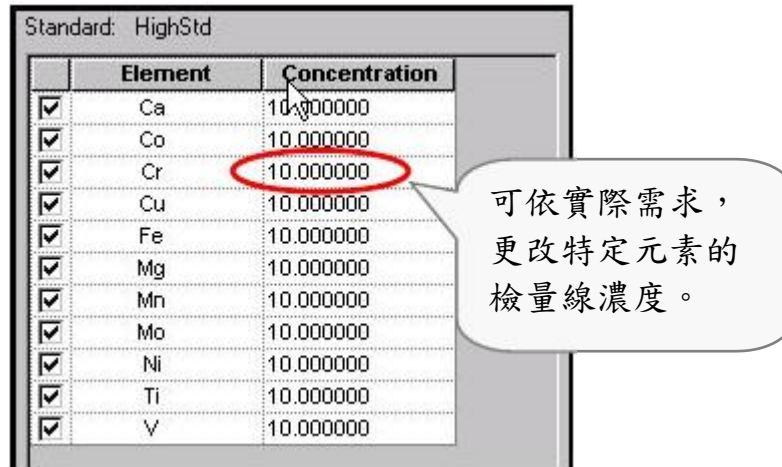
Plasma 參數	範圍	參考值
Flush Pump Rate	0 - 125 rpm	100
Analysis Pump Rate	0 - 125 rpm	50
Pump Relaxation Time	0 - 1000 sec	5
RF Power	750W - 1350W	1150
Nebulizer Flow	0 - 0.4 MPa	0.20
Auxiliary Gas	0 - 1.5 lpm	0.5

(3) 檢量線設定：於[method]的視窗中點選[Standards]即出現下圖(20)的畫面，可以設定檢量線的相關參數。



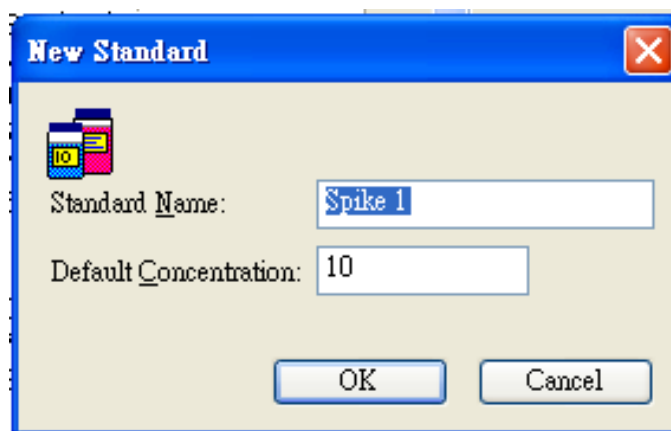
圖(20)

亦可由右邊[Elements]中選擇物種，如圖(21) 所示，在[Concentration]按滑鼠左鍵兩下，分別輸入檢量線的濃度，可各別設定物種的檢量線濃度範圍。



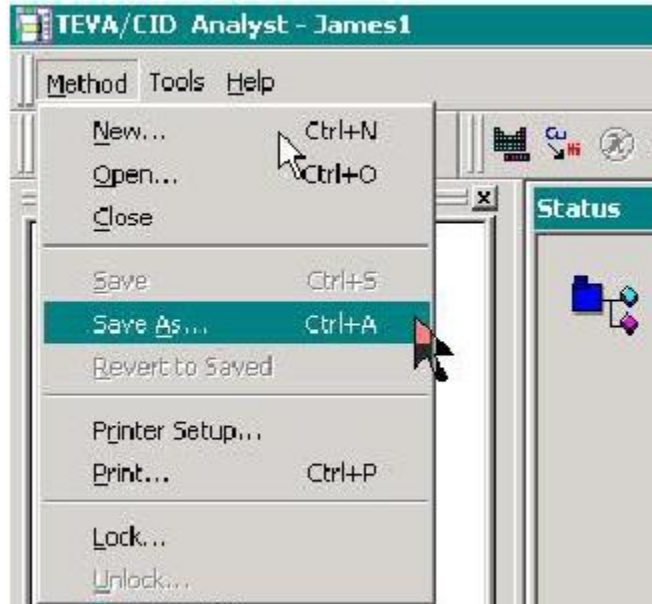
圖(21)

若欲增加標準濃度之設定，則選擇[Add]可出現下圖(22)的對話方塊，並可編輯與設定標準濃度的名稱與實際濃度，此方法之所有標準濃度皆設定完成後，選擇[OK]。



圖(22)

(4) 待方法建立完成後，如圖(23)所示，在[Method]中選[Save as]將已建立的方法命名並儲存。



圖(23)

3.3.2 分析樣品

方法建立完成後，就可以開始分析樣品。

(1) 標準檢量線法：

i) 建立檢量線：

點選工作列  圖示後出現 Calibration 視窗，如圖(24)。

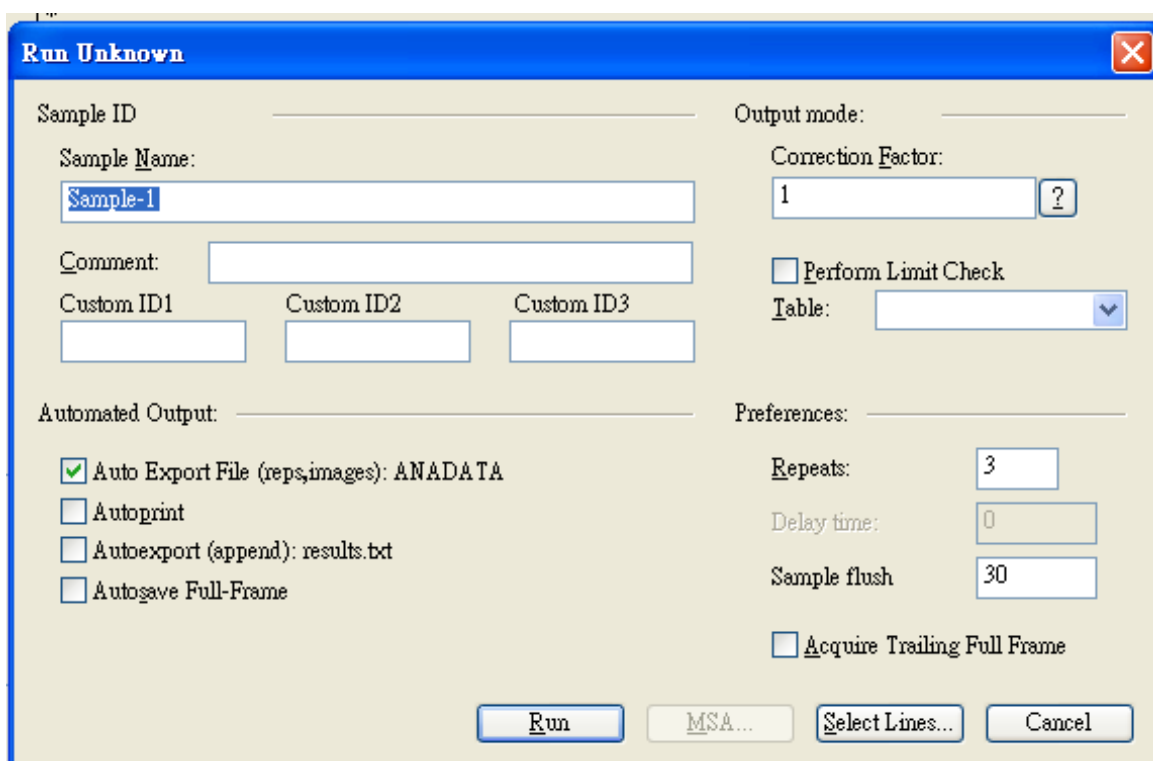


圖(24)

將 Tube 放入 Blank 中再點選視窗中的[Blank]，再按[RUN]分析空白溶液，分析完成後，再分析檢量線其他標準點，待各標準點分析完成後，按[Done]即完成檢量線的建立。

ii)分析未知樣品：

點選工具列  圖示後出現 Run Unknown 視窗，如圖(25)。



圖(25)

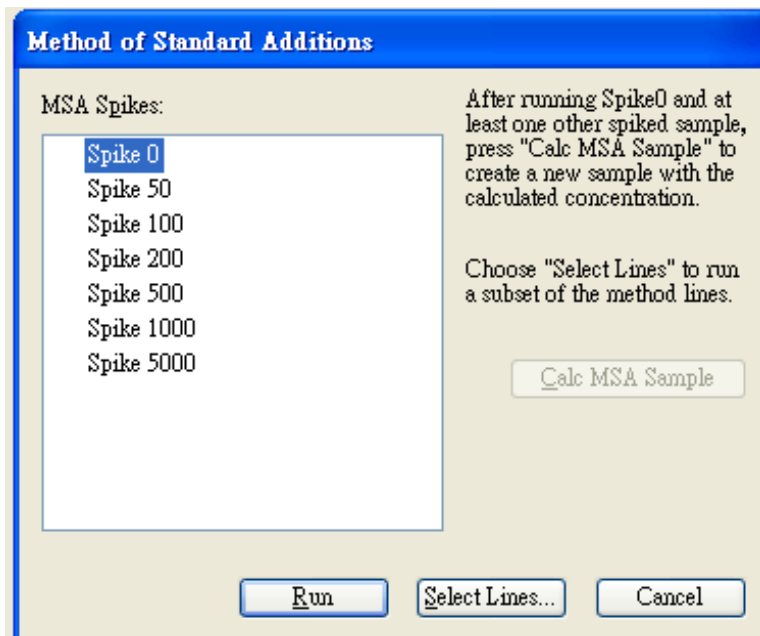
可依自行鍵入樣品名稱、樣品 Repeats 次數、樣品 Flush time，然後按 [Run] 即可。

(2) 標準添加法：

對於一些複雜基質的樣品，常使用標準添加法來測定。

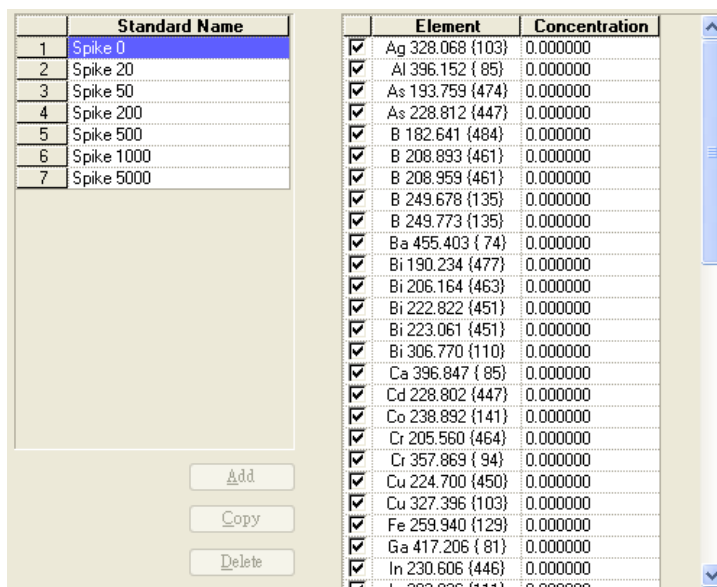
直接選取工具列  圖示後出現 Run Unknown 視窗，如圖(25)。

按 [MSA] 按鍵後出現下面視窗，圖(26)



圖(26)

按[MSA Setup] 按鍵，設定所添加的濃度如圖(27)

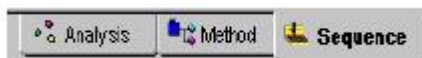


圖(27)

輸入添加的濃度，按[OK]，回到上一個視窗(圖(26))，先點選 [Sample-1_K0]再按[RUN]分析，當完成最後一個添加分析後按 [Calc MSA Sample]，即可得到未知樣品的濃度。

3.3.3 自動取樣系統

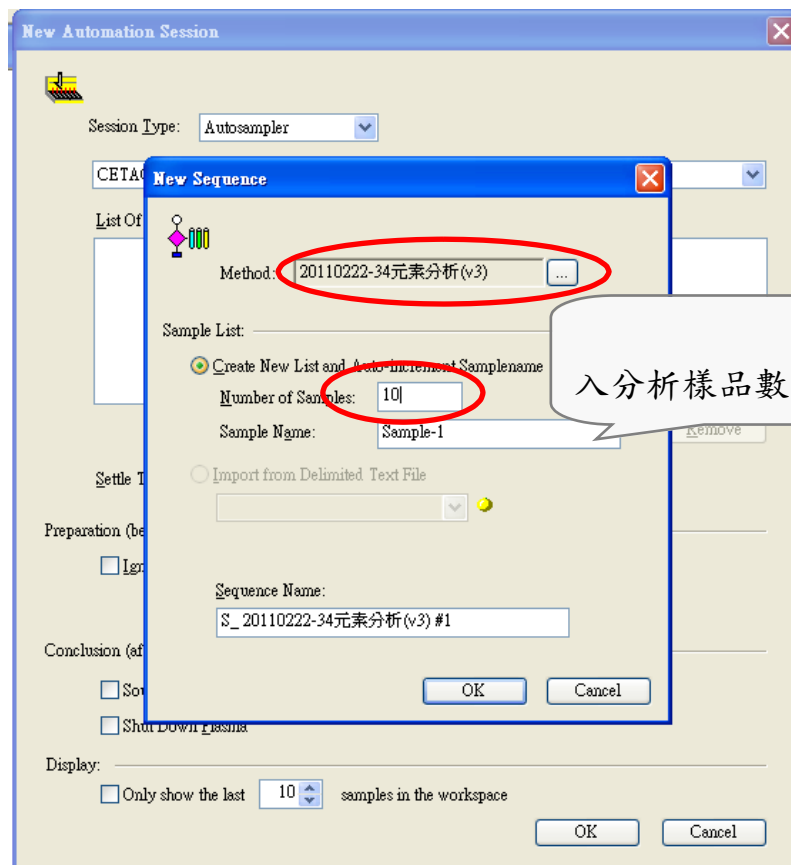
(1) 點選如圖(15)左下方的視窗[Sequence]



於[Auto-Session]工具列中按[New Autosampler]會出現如圖(27)的視窗，可在[Session Type]中選擇[Autosampler](或是[manual])；按[New]，則會出現如圖(29)的畫面。在[Method]選擇檢驗方法及適當的樣品槽。並在[Number of Samples]輸入樣品數後按[OK]，便會出現如圖(30)的畫面。

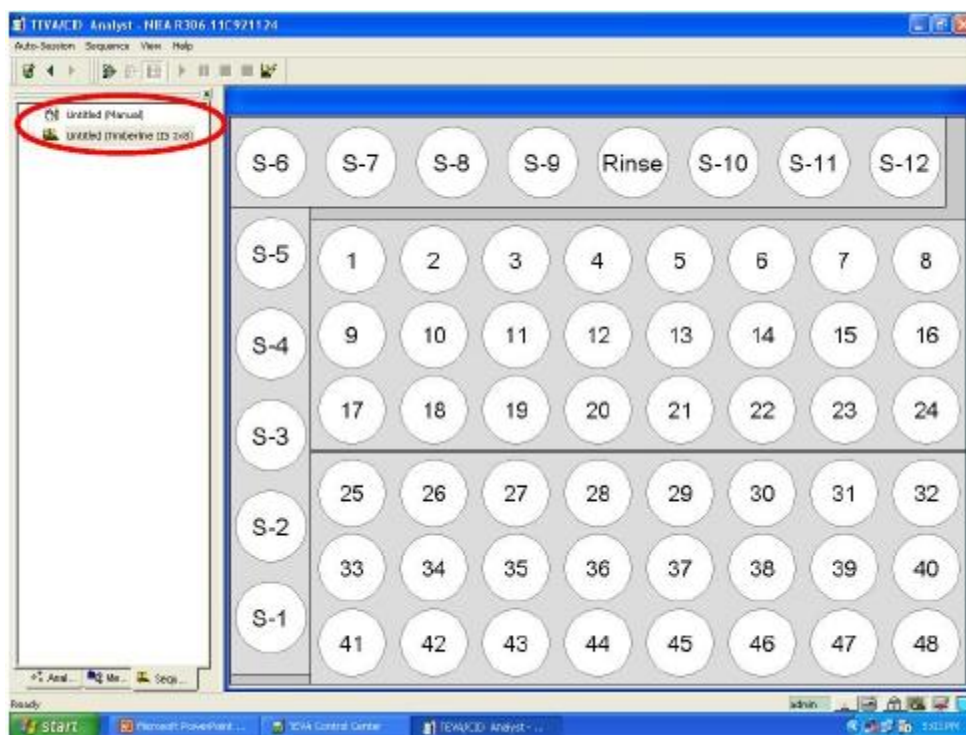


圖(28)





圖(29)

- (2) 圖(30)所示的棋盤格中，[Rinse]位置放潤洗用的去離子水；[S-1]到[S-12]為標準品放置處；其餘[1]-[48]的位置則為樣品的放置處。



圖(30)

(3) 點選左上方  Untitled (Timberline IIS 3x8) 工具列按滑鼠左鍵點二下選擇其中

 S_031008MN 工具列按滑鼠按右鍵[Auto Locate All]，會出現如

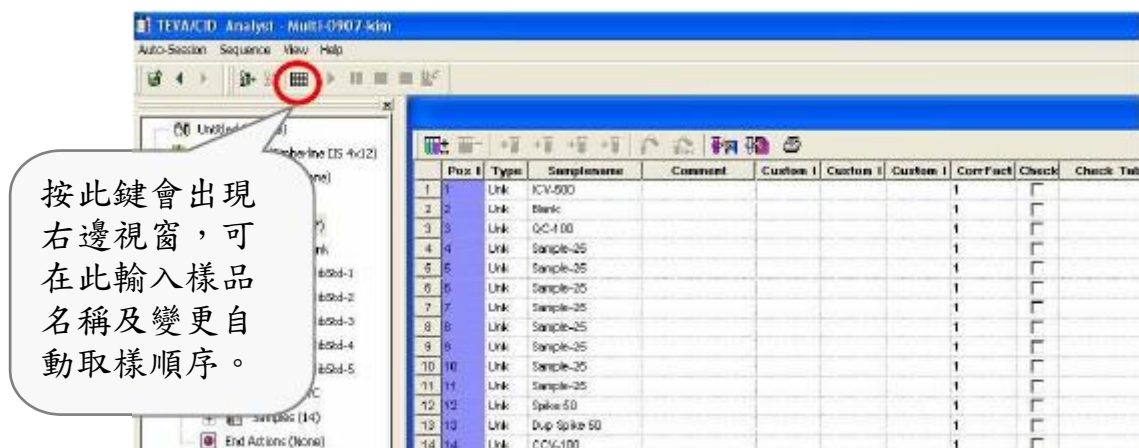
圖(31)之畫面，方法中設定的標準品跟樣品放置位置變深。









圖(31)

(4) 按下圖(31)工具列中的  會出現如下圖(32)的畫面，可以依需要


在此修改樣品的名稱及其在 autosampler 上的位置。



圖(32)

Icon	功能提示	作用
	Add Samples	在選擇樣品下增加新樣品
	Delete Samples	刪除依選擇的樣品
	Insert Recovery	在選擇樣品後操作回收率實驗
	Insert Duplicate	在選擇樣品後操作重複實驗
	Fill	將選擇樣品填入與第一個樣品一樣的實驗條件
	Print Samples List	將設定的樣品選單列印出來

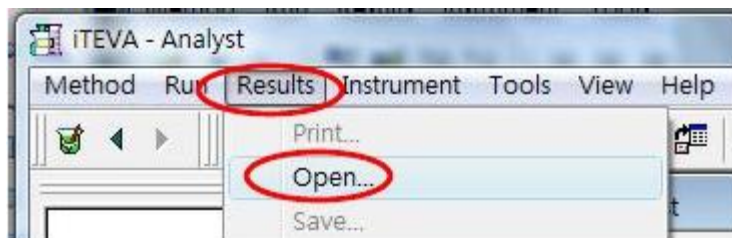
可利用圖(32)右上方工具列的功能，依實際需要增減樣品分析的實驗流程。

- (5) 當所有 Autosampler 的參數都設定好之後，按下圖中的  使取樣針回到 Auto Sampler 的 home 位置。同時，將滑鼠擺到[Rinse]位置上按右鍵，使取樣針擺回[Rinse]的位置。避免熄火。如此，即完成 Autosampler 與電腦的連線作業。

- (6) 最後，確定檢量線編號樣品編號的順序無誤後，點選圖上的黃色 icon，即開始自動取樣分析。

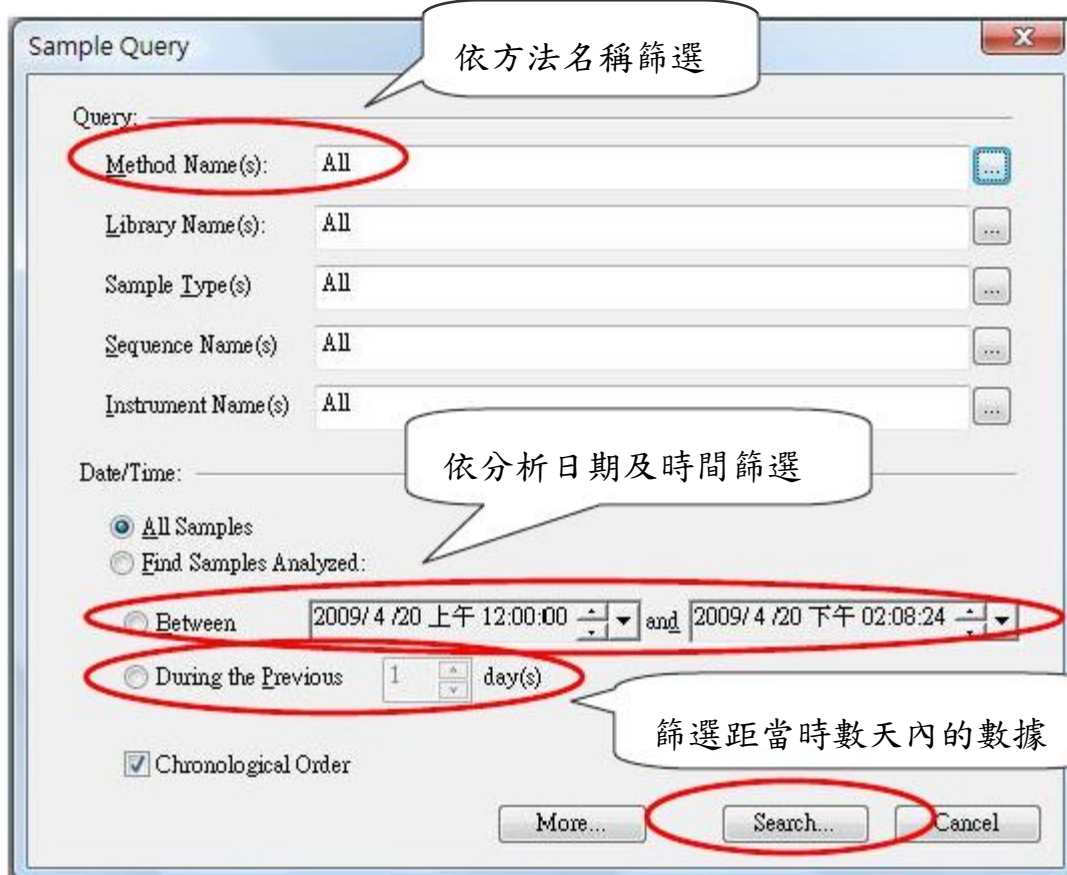
4. 開啟分析結果

(1) 點選 Analysis 視窗上方的 Results → Open。



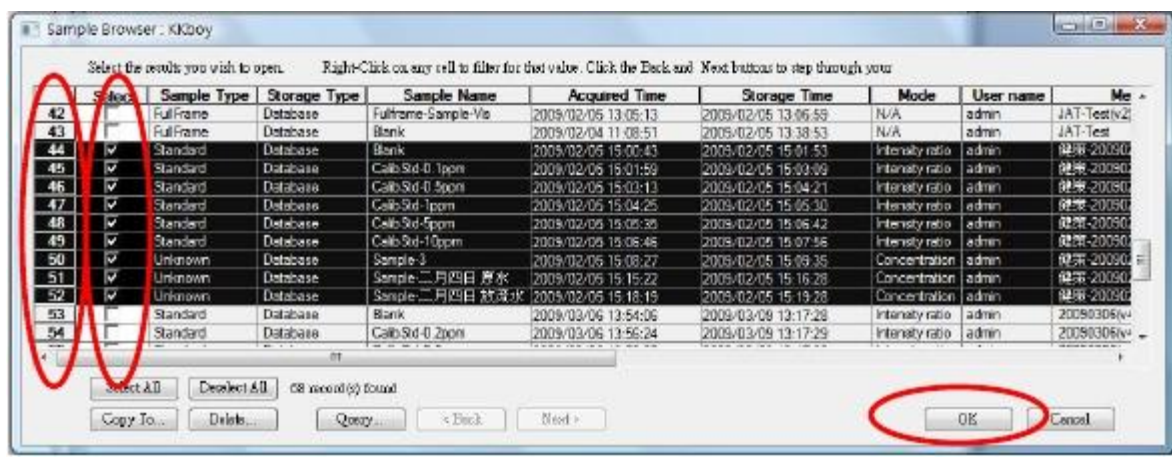
圖(33)

(2) 在圖(34)的選單中，選出方便篩選出所需的資料。



圖(34)

(3) 在編號處拉下反白需要的資料，並於 Select 處點選。再按視窗右下方之 OK，即可開啟數據。



圖(35)

5. 列印結果


5.1 列印檢量線

點選圖(17)畫面[method]的視窗左上方[method]的工具列點選[Print]出現如圖(36)的畫面，可在此勾選列印報告需要的參數。列印檢量線時點選其中[Calibration Plot Report] 即可列印出所有檢量線。



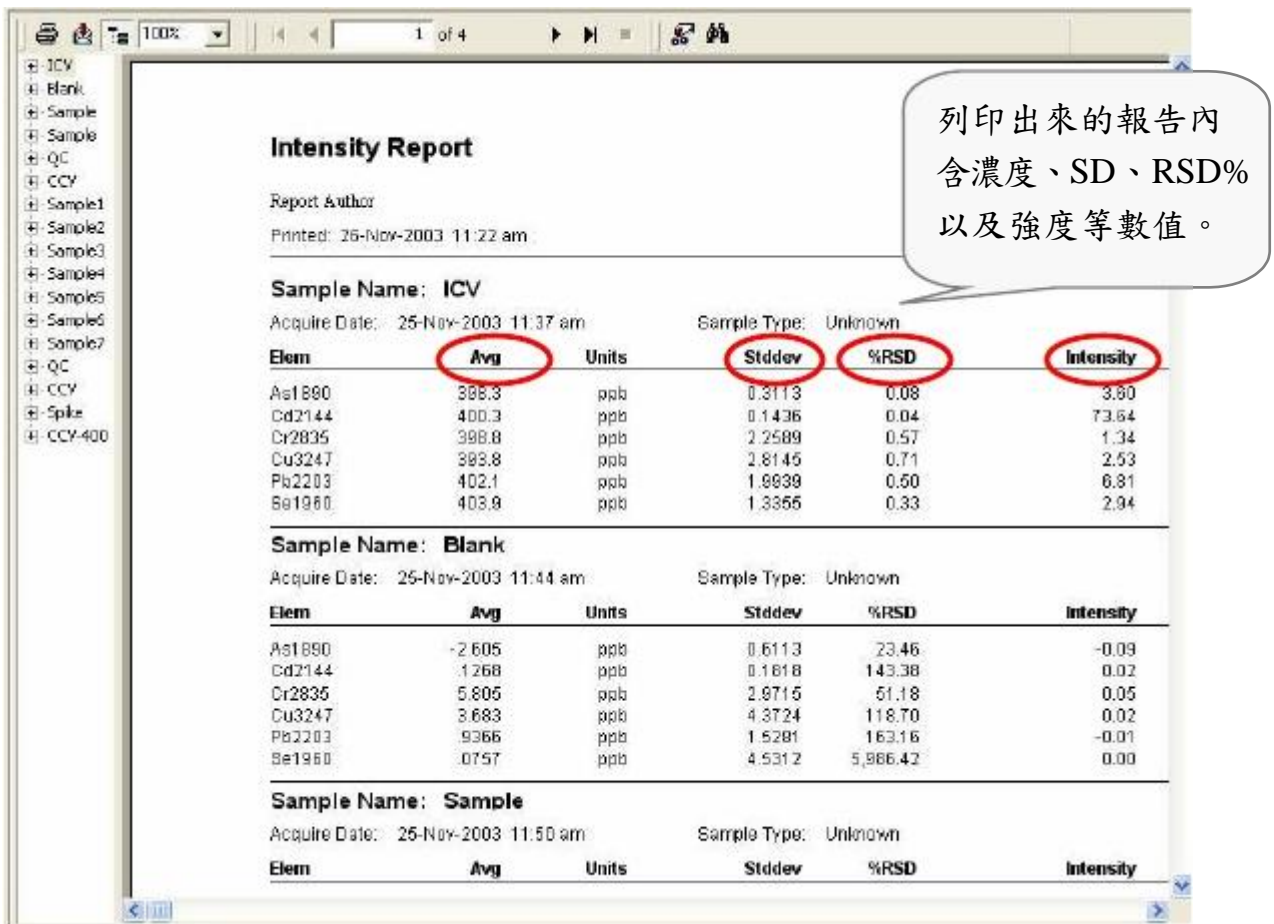
圖(36)

5.2 列印樣品數據報告

於圖(2)的畫面中，點選  icon，出現如下圖(37)的選單，點選其中[Intensity Report]，再選擇其下的子選單[New Intensity Report]，可以依日期匯入欲列印的樣品分析結果，並可在右邊視窗看到如圖(38)的列印結果預覽，確定無誤後，將結果報告列印出來，列印出來的數據，同時包含濃度和強度兩個數值。



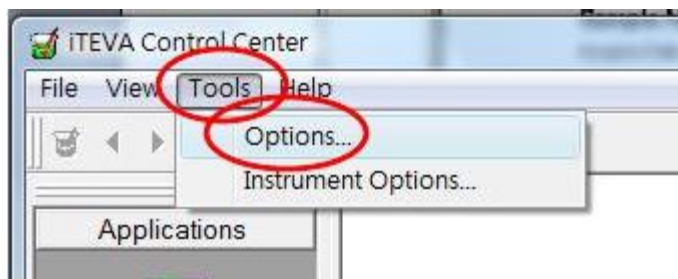
圖(37)



圖(38)

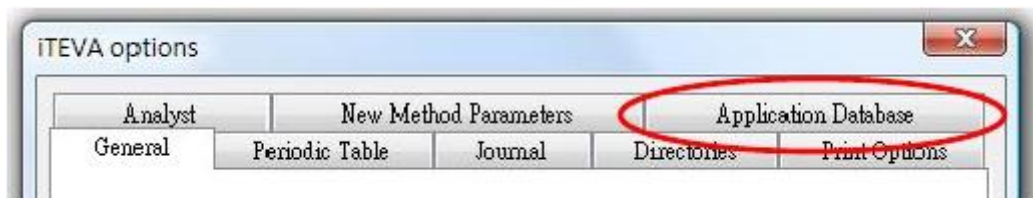
6. 建立新資料庫

(1) 開啟 iTEVA 主視窗(若軟體原本已開啟，請關閉其餘視窗)，點選上方的 Tools → Options。



圖(39)

(2) 點選 iTEVA options 視窗中的 Application Database。



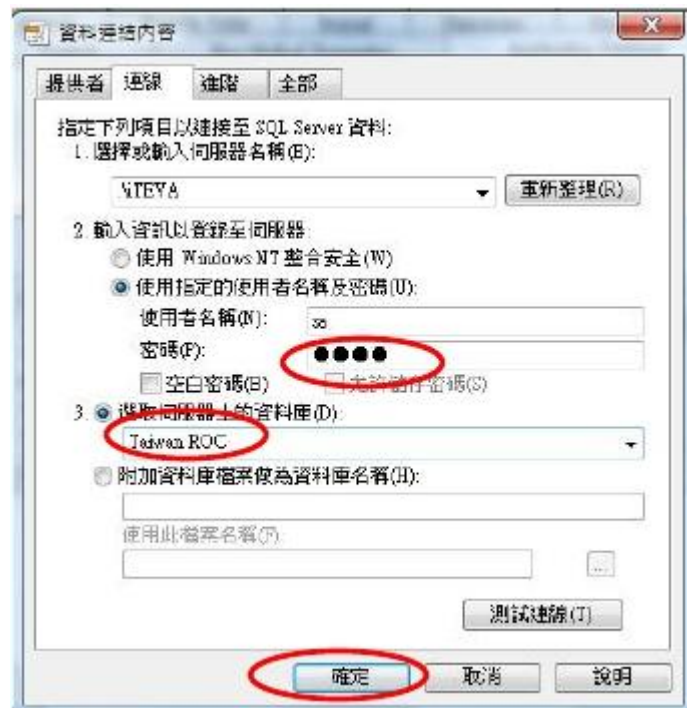
圖(40)

(3) 點選視窗中央的 Add a connection。



圖(41)

(4) 密碼處輸入「Thermo-123」，資料庫名稱就輸入新的資料庫名稱。



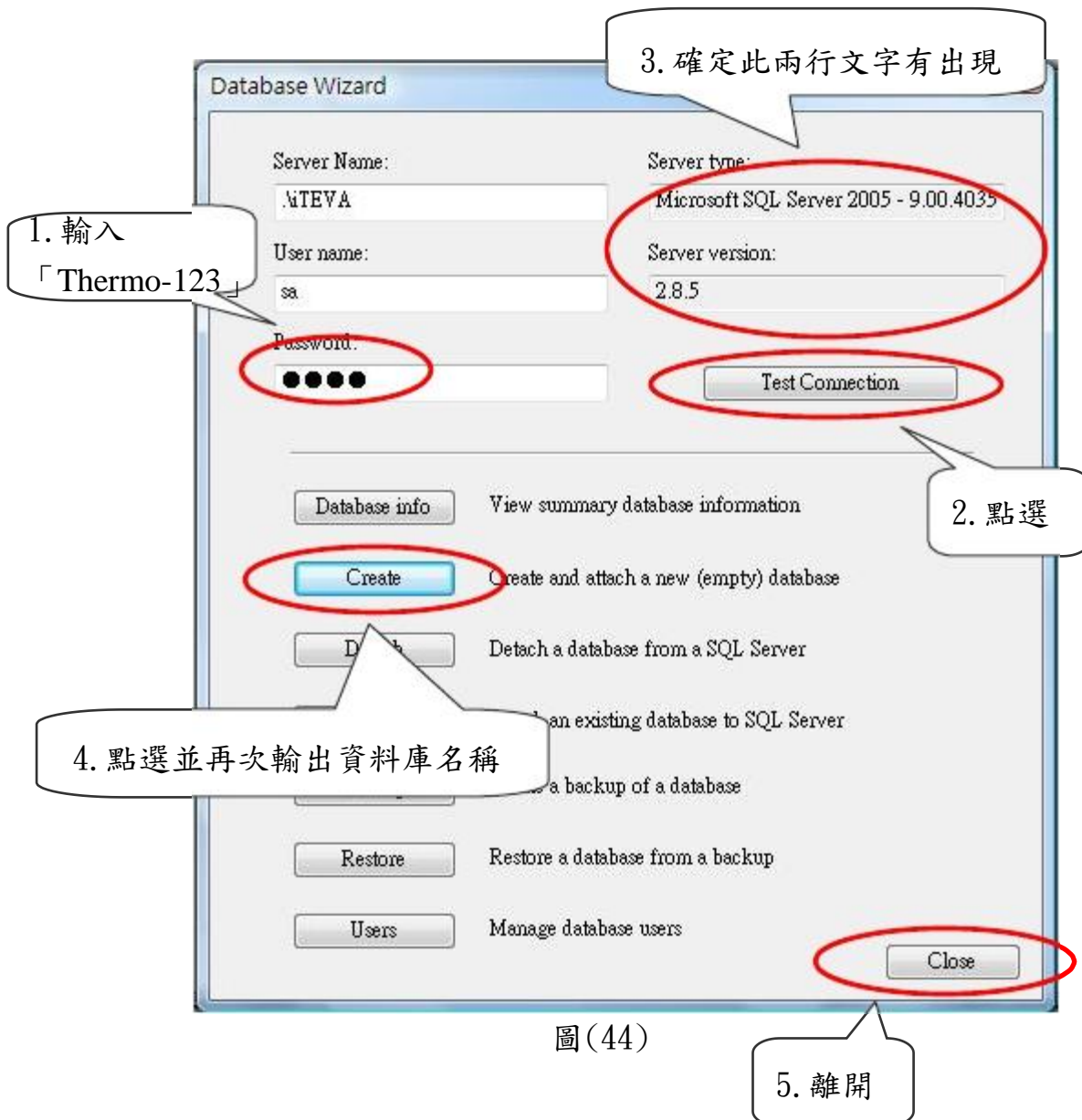
圖(42)

(5) 按確定之後，再輸入一次剛剛的資料庫名稱。



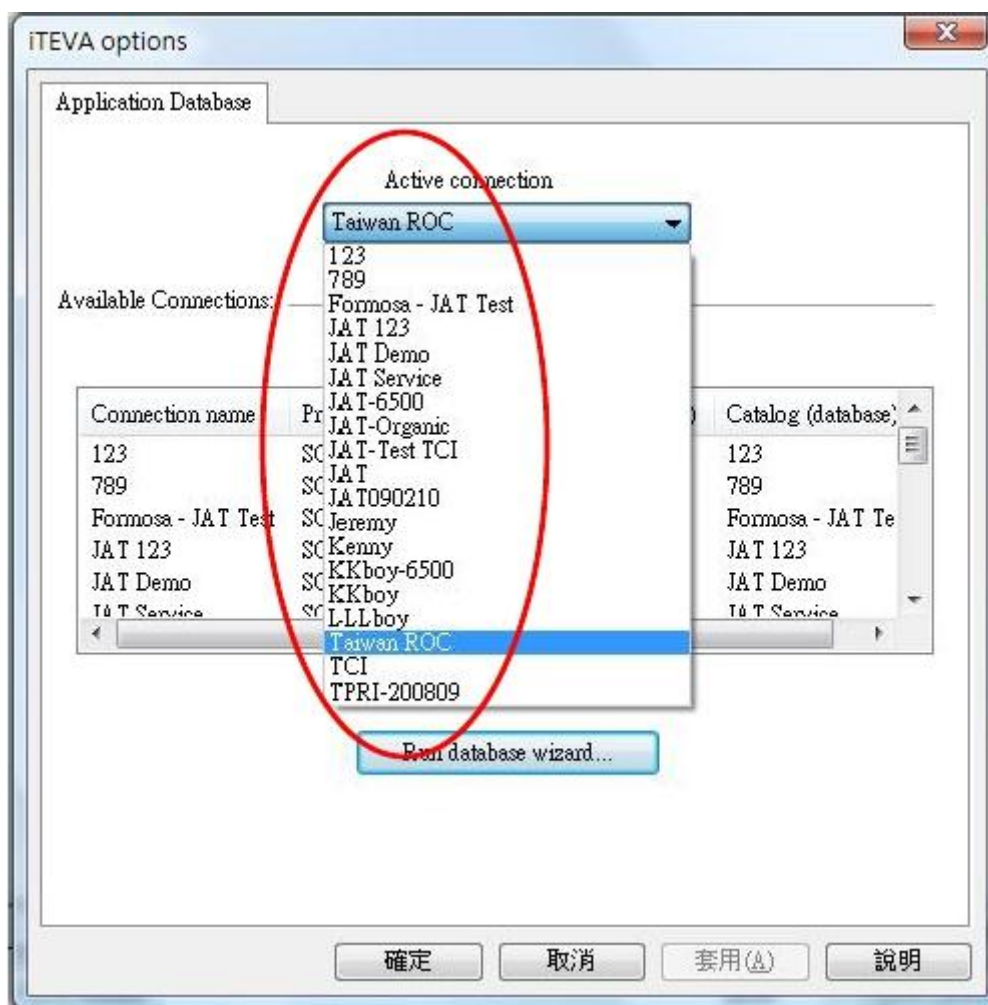
圖(43)

(6) 點選圖(41)下方的 Run database wizard。



圖(44)

(7) 完成後即可回到 Application Database 處，選擇想要使用的資料庫。



圖(45)