

Agilent 7700x ICP-MS 操作规程

一、准备与开机

1. 打开电脑、ICP-MS 的两个电源开关。待仪器自检通过后，双击电脑桌面“ICP-MS Top”进行联机。
2. 从 Instrument→Instrument control→Vacuum 中选择“Vacuum on”，开始抽真空，仪器从 shutdown 状态向 standby 状态转换。
3. 若使用碰撞反应池，从 Instrument control→Maintenance→Reaction gas 中勾选 Open Bypass Valve，设置流量 2-5 ml/min 进行吹扫。如每天使用碰撞反应池吹扫 5-10min；若长时间不使用建议 2ml/min 吹扫过夜。
4. 待仪器进入 STANDBY 状态后，打开氩气（出口压力 0.7MPa）、反应气（出口压力 0.1MPa）、冷却循环水系统、排风开关，清空废液桶。若使用蠕动泵进样，卡上蠕动泵管（尤其注意废液泵管的安装方向），将样品管与内标管放入超纯水中。
5. 从 Maintenance→Sample Introduction 中勾选 Open Ar Gas Valve、Enable Temp Control(Open water Valve)，设置 Plasma Gas 为 15L/min、Aux Gas 为 1.0L/min、Carrier Gas 为 1.0L/min、MU/Dil. Gas 为 1.0L/min、Temperature 为 2℃、Nebulizer Pump 为 0.1-0.3 rps，并确认“Inputs”显示与“Outputs”输入一致、其它各参数正常；蠕动泵样品管及排废液管工作正常（排液平滑，气体与液体排列均匀）。
6. 从 Instrument Control→Meters→Analyzer Pressure，待四级杆分析腔压力低于 10^{-4} Pa 后，从 Instrument Control→Plasma 中选择 Plasma On 进行点火，仪器从 Standby 状态向 Analysis 状态转换。

二、调谐

1. 点火后待 S/C Temperature 降至 2℃，从 ICP-MS Top→Tune 进入调谐界面，将样品管插入 1ppb 调谐液中，内标管插入超纯水中。
2. 点击“调谐灵敏度”图标，从 Acq. Parameters→Acquisition parameters 中输入采集的质量数 7、89、205、156/140、70/140，并选中 Plot，点击 OK。点击“Start”按钮开始采集，点击“Stop”按钮停止采集。确认灵敏度、氧化物、双电荷是否达到下表要求，否则重新自动调谐。
3. 点击“分辨率/质量轴调谐”图标后，点击“Start”启动采集，点击“Stop”停止采集，确认分辨率/质量轴符合下表要求，否则重新自动调谐。

Test Item	Spec.
Sensitivity (0.1sec, 1ppb)	Li \geq 3000
	Y \geq 12000
	Tl \geq 6000
Oxide (CeO/Ce)	\leq 1.2%
Doubly Charged (Ce ²⁺ /Ce)	\leq 2.0%
Mass Resolution(at 10%)	0.65-0.85amu

Mass Axis	Li(7)	±0.1amu
	Y(89)	±0.1amu
	Tl(205)	±0.1amu

4. 自动调谐

点击 Tune→Autotune 进入自动调谐页面，选取除 P/A Factor 的所有选项，点击 Run。自动调谐完毕，仪器会生成 nogas.u 和 He.u 两个调谐文件，可以调用 nogas.u 检查灵敏度、氧化物及双电荷，调用 He.u 检查 Co≥3000CPS、背景 56≤18000CPS。

采用同心雾化器（Concentric Neb 或 MiroMIST Neb）时典型的 ICP 系统参数

等离子体功率	15000W
载气流量	0.9L/min (0.6-1.0L/min)
补偿气流量	0.25L/min (0.3-1.0L/min)
进样深度	8mm (7-10mm)
蠕动泵速	0.1rps (0.1-0.3)
预混室温度	2℃

典型离子透镜电压（单位：伏特）

	No Gas 模式	反应气模式 (H ₂ 或He)
Extract 1	0 (0)	同左
Extract 2	-180 (-200~-160)	同左
Omega Bias	-80 (-110~-70)	同左
Omega Lens	10 (7~12)	同左
Cell Entrance	-30 (-40~-30)	-40 (-40~-30)
Cell Exit	-50 (-60~-40)	-60 (-60~-40)
Deflect	10 (8~15)	0 (-5~4)
Plate Bias	-40 (-50~-30)	-60 (固定)
Octopole RF	190 (100~200)	同左
Octopole Bias	-8 (-12~-6)	-18 (固定)
QP Bias	-5 (-5~-3)	-15 (固定)
He	0	4.5 (4-5)
H ₂	0	6 (5-7)

三、P/A Factor 调谐

若调谐时修改了“Detector Parameters”时须做 P/A Factor 调谐，且在做 P/A Factor 调谐时，要选中“Merge in the current data”。

具体过程：将样品管插入 P/A factor 调谐液（Sc(45), In(115), Tb(159), Bi(209)20-30ppb 内标稀释液）。在灵敏度调谐窗口观察 Sc(45), In(115), Tb(159), Bi(209)元素灵敏度，待稳定后，确保元素灵敏度在 40,000-400,000 Counts 之间，再点击“Tune”菜单，选择“P/A Factor”。在“P/A Factor Tuning”窗口添加 Li(6), Sc(45), Y(89), In(115), Tb(159), Bi(209)元素，点击“Run”，仪器将自动得到 P/A Factor Tuning

报告。

四、方法建立

在 ICP-MS-Top→Method→Edit entire method 窗口中，编辑方法所需要的各项目，输入 Method Information 后确定，进入 Select Sample Type 窗口，选择全部样品类型。

在 Interference Type 窗口，如果使用 No Gas 模式选中 EPA200_8，如果使用单氦模式选中 FOODORS。在 Acquisition Mode 窗口，选中“Spectrum”。

在 Spectrum Acquisition Parameters 窗口 Peak Pattern 中，选择 Full Quant (3)，然后点击“Periodic Table”进入 Masses 窗口，点击“Clear All”按钮后选择待分析元素及 ISTD 内标元素（如 Sc, Ge, Y, In, Tb, Bi）。确定后，重新进入 Spectrum Acquisition Parameters 窗口，选中“Set every mass”，在“Repetition”窗口输入“3”；在 Integration Time[sec]窗口选中 As, 输入 Integration time 为 1sec, 点击 Enter, Se, Cd, Hg---2sec; 其他元素设定为 0.3sec。点击“Check Parameter”，若“No Error”，确定。

在 Peristaltic Pump Program 窗口，设定 uptake speed: 0.3rps; uptake time: 30sec; stabilization time: 30sec。确定后保存方法文件。

五、数据采集

将内标ISTD管放入 1ppm ISTD溶液中，样品管放入 1% HNO₃溶液中。在“Tuning”窗口检查ISTD元素（Ge、In、Tb、Bi等）RSD%应小于 5%。

在 ICP-MS-Top→AcquireData→Main Panel。点击 Acquire Data 选中“Acquire Data”，将样品管放入空白（如 1% HNO₃ 或 DIW），输入文件名与文件存储路径（如需更改路径，在 Data File Name 处输入“？”指定路径），点击“acquire”。当采集完成后，点击“Tabulate/Mass”检查所测数据的稳定性。重复此过程采集完成其他 STD 或样品的测定。

六、数据分析

MassHunter 数据分析过程：[Opening the ICP-MS Data Analysis Window](#) → [Creating Batch](#) → [Import Samples](#) → [Setting Data Analysis Method](#) → [Executing Analysis](#) → [Checking the Analysis Results](#) → [Outputting the Analysis Results Report](#) → [Saving the Analysis File](#) → [Closing the ICP-MS Data Analysis Window](#)

七、关机

1. 样品采集完成后，先用 5% HNO₃ 冲洗系统 5min，再用 DIW 冲洗系统 5min。可在调谐窗口检查系统是否冲洗干净。
2. 点击 ICP-MS Top→ICP-MS Instrument control→Plasma off，仪器从 Analysis 向 Standby 转换。待仪器进入 Standby 状态才能关闭通风、循环水及氩气和反应气开关。
3. 待转换为 Standby 状态后，如需彻底关机，在 ICP-MS Instrument control→Vacuum→Vacuum off 进入放空

程序，仪器由 Standby 向 Shutdown 转换。

4. 待仪器转换为 Shutdown 状态（约需 5-10min），关闭氩气、循环水、排风，松开蠕动泵管。
5. 退出工作站，关闭电脑及打印机。关闭 7700x ICP-MS 仪器背面后侧的总电源。

八、注意事项：

1. 为保证低浓度样品测试的灵敏度，暂不接收沉积物样品的测试。
2. 海水样品稀释 10 倍后进样。
3. 生物样品请提交样品预处理过程，经检查通过后准予测试。
4. 所有样品应保证无固体颗粒物（粒径不大于 20 μm ）。