

## ICP 光谱仪操作及校准规程

### 1 使用原则

#### 1.1 主题内容与适用范围

本规程规定了采用电感耦合等离子体发射光谱仪所进行的化学元素的定量分析。

#### 1.2 引用标准或文件

1.2.1 本规程遵守GB1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1.2.2 本规程遵循《ICP光谱仪使用说明书》。

### 2 方法提要

试样用硝酸或混酸分解，加热除尽氮氧化物，并予以干过滤。试样溶液由载气带入雾化系统进行雾化，以气溶胶形式进入轴向通道，在高温和惰性氩气气氛中，气溶胶微粒被充分蒸发、原子化、激发和电离。被激发的原子和离子发射出很强的原子谱线和离子谱线，分光检测系统和数据处理系统将各元素发射的特征谱线及其强度经过分光、光电转换、检测和数据处理，最后由打印机输出各元素的含量。

### 3 仪器操作

#### 3.1 仪器的工作环境

3.1.1 温度： $22 \pm 2.8^{\circ}\text{C}$

3.1.2 湿度：小于 60%

3.1.3 仪器周围无强交流电干扰、无强气流及无腐蚀气体的影响。

3.1.4 仪器使用时不应有强烈震动，不受阳光直接照射。

3.1.5 仪器每天 24 小时处于工作状态，保证系统良好的真空度和测光系统稳定性。

#### 3.2 仪器的启动

3.2.1 打开通风电源和光谱仪总电源；打开真空泵和控制电路等开关，并预热 30 分钟。

3.2.2 启动计算机和打印机，运行 ICP 软件进行日常分析。

3.2.3 打开 MC20 读出系统开关，仪器高压开关，按下复位键使高压灯闪亮。

3.2.4 安装并检查进样系统，确保其密封性；安装好蠕动泵，调整蠕动速度，控制流速。

3.2.5 打开氩气钢瓶开关，压力至少为 50psi；按下控制面板上的 GAS&H2O 和 CARRIER 键，调整载气流量 10L/min、辅助气流量 1.0L/min、冷却气流量 0.5L/min。

#### 3.3 多色仪校准。

3.3.1 按下汞灯键，并预热 3 分钟。如汞灯无读数，可按 INCREASE 或 DECREASE 键进行调整，使读数在 20~100 之间。

3.3.2 进入 ICP 软件，选择运行光谱仪中的多色仪校准程序启动。若校准图形对称性好即可完成校准工作；否则再次启动多色仪校准程序，直至完成校准工作。

3.3.3 校准工作完成后，按下汞灯键使之熄灭。

#### 3.4 点火

3.4.1 打开 RF 发生器电源开关和自动匹配开关，调节点火功率为 870W。

3.4.2 按下 CARRIER 键，使载气关闭

3.4.3 接通功率开关，按一下 RF ON/OFF 键，指示灯由绿变红后，再按 IGNITE(点火)键，便可点火。

- 3.4.4 火焰形成后，立即按一下 CARRIER 键，接通载气，并调节功率至所需要的功率值。
- 3.4.5 打开蠕动泵，便可进样进行分析测量。

### 3.5 测量

运行 ICP 软件，选择相应的格式文件，测量标准样品溶液的光强，并用标准样品绘制工作曲线。然后进入样品分析选项，选择储存文件、格式文件后进行样品分析，计算机自动测量出被测分析的元素含量，并可存盘或打印输出。

### 3.6 光谱仪关机

- 3.6.1 减小功率至熄火后，立即关闭功率开关，同时按下 RF ON/OFF 键。
- 3.6.2 通入蒸馏水冲洗雾化器和雾室 2 分钟以上。
- 3.6.3 按下 CARRIER 键，使载气关闭；按下 GAS&H2O 键，切断气路和冷却水；关闭氩气钢瓶阀门。
- 3.6.4 RF 发生器再运行 15 分钟以后关闭发生器。
- 3.6.5 退出 ICP 软件系统，关闭计算机。
- 3.6.6 按逆向顺序关闭仪器开关，最后关闭光谱仪总电源。

## 4 校正试验

ICP 光谱仪的仪器性能需要定期（六个月）进行校准，校准项目如下：

### 4.1 波长的正确性和重复性

波长的正确性和重复性利用汞灯准值即可完成。在光路入射处安装一个 Hg 灯，可用它的一条固定谱线来准直校正光路。按下控制面板上的汞灯键，如汞灯无读数，则按 INCREASE 或 DECREASE 键进行调整，使读数在 20~100 之间。进入 ICP 软件，启动运行光谱仪中的多色仪校准程序，计算机会自动找到峰值位置，狭缝汞线对正汞的出射狭缝，其它元素通道的出射狭缝也就对正了。

### 4.2 系统试验

- 4.2.1 电子试验：通过置换 PMT 信号的试验电压来测试积分器和 A/D 转换器电路，检查测量系统，结果应符合出厂技术要求。
- 4.2.2 渗漏试验：检查积分模拟开关的状态，结果应符合出厂技术要求。
- 4.2.3 暗电流试验：在每个通道上进行测量，以便测定在无光条件下由光电倍增管产生的残余电流，结果应符合出厂技术要求。
- 4.2.4 稳定性试验：用来长期测试系统电子元件，仪器开机稳定后，4 小时内每间隔 15 分钟测量一次，共 16 次，然后由计算机算出相对标准偏差 (RSD%)，结果应符合出厂技术要求。

### 4.3 检出限的校准

在仪器处于稳定状态后，用 6% 盐酸溶液进行雾化，测量各个元素的检出限，依据日常分析范围和出厂要求，判断仪器是否合格。

### 4.4 精密度的校准

在仪器稳定后，用标准溶液进行雾化，按照设定的计算机程序连续测量 12 次，此组数据不得取舍或补测，由计算机算出平均值、标准偏差和精密度 RSD。

### 4.5 测量准确度的校准

仪器稳定后，光路准值，在适宜、正确的格式文件下，用适中的标准样品对工作曲线进行标准化校正，对检查样品进行测量，结果应符合 GB222—84 要求。

光谱仪的主要技术指标及技术关键包括检出限、灵敏度、分析精度、测量的稳定性、校准方法等。

光谱仪使用的氩气纯度要求  $\geq 99.996\%$ , 其纯度不够的氩气将导致以下后果:

1. 校正系数超出要求范围, 标准化系数偏高。
2. 激发光源不激发及跳闸。
3. 激发时扩散放电, 激发点呈白色(白点), 强度降低, 样品表面无侵蚀, 分析数据不准确。
4. 分析数据不稳定, 特别是分析波长较低的元素如: C、P、S 等, 还有一些高合金铸件、铸铝、铸铁、纯金属等。

如果出现了以上问题, 再好的光谱仪也是分析不出一个准确的数据。所以, 想要光谱仪分析出一个准确的数据, 前提就是要给光谱仪提供良好的气源, 即含量  $\geq 99.996\%$  的氩气。而通过氩气净化机输出的氩气含量  $\geq 99.999\%$ 。

经济核算: 以氩气净化机在光谱仪器中的应用举例说, 光谱仪使用过程中最大的消耗品就是氩气, 使用氩气净化机可以把价格昂贵(市场平均价 240 元/瓶)的**高纯氩**或液态氩换成价格低廉(市场价平均价 40 元/瓶)的**普通纯氩**就可以达到光谱要求的氩气纯度 99.996%。以每天使用光谱仪 8 小时(3 天换 1 瓶), 1 年开机 350 天, 如光谱仪使用 10 年计算, 节省的氩气费用约 23 万元。

$$\frac{350}{3} \times (240-40) \times 10 \approx \mathbf{23.33 \text{ (万元)}}$$

联系人: 周 武 (业务经理)  
电话: 0579-83079151 87616550 (传)  
E-mail: [zkpr@163.com](mailto:zkpr@163.com)

地址: 成都市人民南路 4 段 9 号化学所  
手机: 13857928639  
<http://www.cdzkpr.3u.com>

## 公司概况

成都中科普瑞净化设备有限公司是中国科学院的控股公司，属国家级高新技术企业，全国统一编号：0551201A0411。公司的技术人员从 1969 年以来在气体分离，净化，高纯气体的传输、控制和分析检测等气体洁净技术领域从事研究，并开发出五大系列产品。它们包括各种制取高纯气体的气体净化机（氢、氮、氧、氩、氦和空气等气体的净化），变压吸附制取高纯氮的系列装置，高纯气体专用的各种不锈钢波纹管阀，用于高纯气体传输的内外壁都经过电化抛光的不锈钢管道和配件（即 EP 管），各种尘埃粒子过滤器（高效、中效和初效等）。本公司是高纯气体制备和应用领域的各种设备的制造和配套的供应企业。

本公司的产品已长期广泛应用在半导体、电子、冶金、机械、原子能，分析和医药等产业部门和科研中。例如高纯度的 H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、Ar 是半导体材料和器件生产所必须的，而这些气体的终端净化设备能够制得高纯气体，使用证明能提高产品质量和成品率。N<sub>2</sub> 和 Ar 的净化器在冶金和机械制造行业用于冶炼和热处理过程的保护气氛的净化，也可以明显地提高产品质量和降低成本。小型的氩气和氧气净化机应用在直读光谱仪和碳硫分析仪上，不但为用户降低成本，还能使分析数据不受气源变动的的影响。总之，本公司的产品为这些企业都带来了很好的经济利益。

本公司有完备的现代化生产和检测设备，又有经过长期训练有素的生产和科研人员，因此产品的质量可以得到充分保证。公司还以中科院的技术力量为依托，一贯致力于产品质量的提高和新产品的研发，每年都有新材料、新部件和新技术应用到产品上，这就保证了产品的性能一直保持在同行的前列。本公司不断推出新产品的同时，对老产品也要负责到底，即使是已停产的产品，只要用户需要，永远都要提供易损件和维修等服务。请用户放心选用本公司产品。

本公司是集产、研、销于一体的企业，还乐意承接定型产品以外的其它气体洁净技术产品，一定尽心尽力地帮助解决，努力支持用户的事业取得成功。欢迎你登陆本公司网站，欢迎来电、来函、来人到本公司技术咨询和商务洽谈。

### 氙气净化机 CZA-4C 型简介 (特别使用于光谱)

本公司生产的氙气净化机 CZA-C 型, 是在老产品 CZA-A 和 CZA-B 型基础上改进研制出来奉献给用户的新产品, 它具有**老产品的全部优点**:

- (1) **催化剂活性高, 工作温度低**, 用瓶装纯氙经本机净化就能得到高纯氙气, 可为用户降低成本。
- (2) **本机属可再生式**, 失效后通过再生就可恢复使用, 故寿命长。
- (3) **再生不用氢**, 只用本机少量氙气再生。阀门又为不锈钢波纹管阀 (几乎无泄漏) 故工作很安全, 不需专用机房。
- (4) **本机为双式结构**, 一组工作, 另一组再生备用, 故能长期连续供气, 一台能顶两台单式净化机使用。

此外, 新产品 CZA-C 型还具有以下**主要特点**:

- (1)、增加了电控阀和多通路阀, 减少了手动阀, 使操作更简单, 且不易出错。
- (2)、对再生操作具有半自动功能。
- (3)、克服了 CZA-A 型有时热电偶接触不良, 使再生不能进行的缺点。

#### 主要技术指标如下:

(1) 原料氙气: 允许含 $O_2 \leq 3000PPm$ ,  $H_2O \leq 1000PPm$ 。一般瓶装纯氙均能满足此要求。

(2) 输出纯氙中的杂质含量:  $O_2 \leq 0.5PPm$ ,  $H_2O \leq 2PPm$  (即露点  $\leq -70^\circ C$ ),  $CO+CO_2 \leq 0.1PPm$ 。尘埃粒子数 ( $\geq 0.3 \mu m$ ) 5-3 个 / 升, 即 100 级。

(3) 工作条件: 工作压力  $\leq 0.8MPa$ , 电源 220V, 1.6Kw, 重量 120Kg。

CZA-4B/C 型已用于直读光谱仪, 等离子光谱仪, 辉光光谱仪, 定氢仪和其它气体分析仪的氙气净化, 效果很好, 获用户好评。本公司视产品的质量 and 信誉是企业的生命, **特此承诺**: 如果产品有质量问题, 运输损坏或使用损坏 (包括违规操作损坏), 在保修期内都负责包修、包换、包退, 对于超过保修期的各种型号产品也要负责终生维修。请放心选用本公司产品。

CZA-C 系列催化再生式氩气净化机规格参数表

型号	流量 (m <sup>3</sup> /h)	最大输出压力 (MPa)	功率 (KW)	出口氧含量	出口露点 (°C)
CZA-4C	4	0.8	2.0	≤0.5 ppm	≤-70°C
CZA-4C12	4	1.2	2.0	≤0.5 ppm	≤-70°C
CZA-6C	6	0.8	2.6	≤0.5 ppm	≤-70°C
CZA-6C12	6	1.2	2.6	≤0.5 ppm	≤-70°C
CZA-10C	10	0.8	3.5	≤0.5 ppm	≤-70°C
CZA-15C	15	0.8	4.5	≤1 ppm	≤-70°C
CZA-20C	20	0.8	5.5	≤1 ppm	≤-70°C
CZA-50C	50	0.6	10.0	≤2 ppm	≤-60°C
原料气	O <sub>2</sub> <3000ppm ; H <sub>2</sub> O<1000ppm				
输出纯气	CO <sub>2</sub> 、CO≤0.1ppm ; S的氧化物均≤0.01 ppm; 尘埃粒子数 (≥0.3 μm) 3-5 个/升				
如有其它特殊要求, 我们可以为用户专门设计制造					



## 公司部分业绩:

云南铝业  
莱芜钢铁集团  
辽宁抚顺高周波  
贵研铂业有限公司  
上海宝钢集团公司  
鞍山钢铁集团公司  
安徽铜陵有色金属公司  
济南钢铁股份有限公司  
广西柳州钢铁集团公司  
长春一汽集团有限公司  
涟源钢铁集团有限公司  
江苏永钢集团有限公司  
马鞍山钢铁股份有限公司  
江苏沙钢钢铁集团公司  
通化钢铁股份有限公司  
唐山建龙实业有限公司  
福建三安钢铁有限公司  
河北新金钢铁有限公司  
海南宝临电器有限公司  
锦州市东方电子有限公司  
四川省川威集团有限公司  
攀枝花钢铁（集团）公司  
峨眉山半导体材料研究所  
内蒙古包钢钢铁集团公司  
上海宝英光电科技有限公司  
邯郸钢铁集团有限责任公司  
唐山钢铁集团有限责任公司  
上海梅山钢铁股份有限公司  
河北津西钢铁股份有限公司  
成都鑫隆蹄业股份有限公司  
新疆八一钢铁股份有限公司  
河南济源钢铁集团有限公司  
无锡金博电子电器有限公司  
浙江台州爱仕达电器有限公司  
攀钢集团成都钢铁有限责任公司  
四川德胜集团楚雄钢铁有限公司  
广西白色银海铝业有限责任公司  
先导（清远）稀有金属有限公司  
首钢总公司（集团）  
武汉钢铁集团公司  
杭州钢铁集团公司  
云南锡业有限公司  
江苏华西集团公司  
济南钢铁集团公司  
安徽宁国耐磨材料厂  
广东番禺晶祥光电厂  
东莞光玉电子灯泡厂  
武汉光迅科技有限公司  
云南金鼎锌业有限公司  
徐州振龙电源有限公司  
广西万鑫钢铁有限公司  
南京钢铁集团有限公司  
湘潭钢铁集团有限公司  
承德钢铁集团有限公司  
邢台钢铁有限责任公司  
河北普阳钢铁有限公司  
太原钢铁（集团）有限公司  
北台钢铁（集团）有限公司  
凌源钢铁集团有限责任公司  
邢台德龙钢铁实业有限公司  
天津天铁冶金集团有限公司  
宣化钢铁集团有限责任公司  
山西海鑫钢铁集团有限公司  
嘉兴中远电子材料有限公司  
桂林金格科技材料有限公司  
峨眉山嘉美高纯材料有限公司  
佛山市顺德金圣材料有限公司  
广东省韶关钢铁集团有限公司  
重庆钢铁（集团）有限责任公司  
酒泉钢铁（集团）有限责任公司  
南京钢铁集团江苏淮钢有限公司  
本溪钢铁（集团）有限责任公司  
青岛钢铁控股集团有限责任公司  
安钢集团信阳钢铁有限责任公司  
三门峡佳适铝合金轮毂有限责任公司  
攀钢集团四川长城特殊钢有限责任公司

有这么好的业绩还犹豫啥！！

详情请垂询：13857928639 周 武