

NexION 350X 电感耦合等离子体质谱仪 的使用及故障处理

陈金发

(福建医科大学公共卫生学院实验中心, 福建福州 350122)

摘要: 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)已广泛应用于各个领域。使用者一方面要正确使用维护仪器,降低故障率,另一方面在故障发生时要能及时排查故障确保工作顺利进行。以珀金埃尔默公司生产的 NexION 350X 电感耦合等离子体质谱仪(自带 Synigistix Version 1.1 软件)为例,详细介绍了仪器正常点炬需要准备的的事项,列举了进样系统的常见问题及纠正措施、常见影响仪器性能的参数,分享了 10 个仪器故障排查的案例,希望能给从事相关工作的人员提供参考。

关键词: 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS); 维护保养; 进样系统; 故障处理

中图分类号: O6-32; O652.2

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2021)01-0092-06

电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)因具有灵敏度高、检测限低、元素检测特异性、线性范围宽、分析速度快、能同时进行多元素测定、较少的基体干扰等优点,成为元素和同位素分析重要的工具之一,大量应用于金属材料、地质矿产、环境检测、食品、医药卫生等领域^[1]。联用技术^[2]在形态分析方面的发展以及单颗粒电感耦合等离子体质谱被作为纳米分析^[3]和粒子检测的筛选工具^[4]大大扩展了电感耦合等离子体质谱的应用领域^[5-6]。电感耦合等离子体质谱仪融合了电子、机械、化学等多领域的技术,结构较为复杂,使用影响因素多,这对缺少专业背景的使用者提出了更高的能力要求。一方面要规范使用并加强日常维护保养,以减少故障发生,另一方面当仪器出现异常或故障时要及时根据故障现象进行排查诊断并解决,以减少维修费用和等待维修人员的时间成本,提高仪器的使用效率,确保工作顺利进行。目前已有文献报道有关电感耦合等离子体质谱仪的日常维护^[7-8]和故障处理^[9-10],然而每种仪器特点不一样,故障现象及排查处理的手段不尽相同。本文以珀金埃尔默公司生产的 NexION 350X 电感耦合等离子体质谱仪(自带 Synigistix Version 1.1 软件)为例,列举了常见进样系统问题和纠正措施,同时分享了 10 个仪器故障的排查案例,希望能给使用相关型号的仪器用户提供参考。

1 点炬前准备事项

1.1 真空系统

点炬前,检查真空机械泵油颜色正常,通常为透明琥珀色,颜色过深则需要更换,泵油的液位应在最低(Min)和最高(Max)液位线之间。点炬前真空度应低于 6.67×10^{-3} Pa,为确保测试的稳定性,真空度越稳定越好。

1.2 氩气

1.2.1 纯度要求

需要使用高纯氩(纯度达到 99.999% 以上),否则可能会导致点炬困难或者点炬后等离子体不稳定而出现熄炬现象,也可能带来比较高的空白。为防止气瓶瓶口有灰尘等杂质,每次新使用气瓶可以迅速开启气瓶气阀,快速吹扫一下。

1.2.2 压力要求

调节减压阀流量大小使仪器背部面板上压力计达到 6.895×10^5 Pa。

1.2.3 用量要求

目前常用 40 L 氩气瓶,在正常工作环境下,一瓶可用 4~5 h。值得注意的是,仪器测样过程中熄炬后再点炬都要重新调谐和校准曲线,这会导致气体、调谐液、标准品和时间的大量浪费,同时也会降低仪器某些部件的使用寿命。为了避免测样过程中

收稿日期: 2020-05-06

作者简介: 陈金发(1986—),男,实验师,硕士,研究方向为理化检验及实验室仪器管理; E-mail: cjf@fjmu.edu.cn

因为氦气不足而熄火, 实验室设计了气瓶串联装置(如图 1 所示), 在确保仪器正常工作下, 可以实现气瓶满瓶和空瓶之间的不断更替。使用时打开阀 1 (接通氦气), 关闭阀 2, 使用阀 1 连接的氦气。当阀 1 气体即将用完时, 先打开阀 2 (接通氦气), 待气体稳定 5 s, 关闭阀 1, 使用阀 2 连接的氦气, 这时可对阀 1 连接的空氦气瓶进行满瓶更换。工作时确保图 1 中所示的二级减压阀压力稳定在 0.7~0.8 MPa 之间。

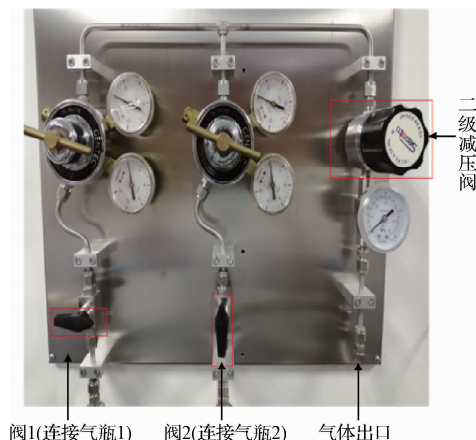


图 1 气瓶串联装置

Fig. 1 Gas cylinder tandem device

1.3 排风系统

炬箱和射频发生器排风口的排风流速应在 9~

12 m/s 范围内。风速太低, 会使热量不能及时排出, 进而导致点炬失败或熄火; 风速太高, 会使气体被抽走, 进而导致点炬失败或者测试过程炬焰不稳定而熄火。

1.4 循环冷却系统

外部循环冷却水机, 需要设置适当的水压和温度。当压力过低时, 冷却效果降低, 可能导致点炬失败或熄火; 当压力过高时, 容易导致连接处漏液或冲击仪器内部阀门, 通常水压设置为 (379.21 ± 13.79) kPa。温度太高, 冷却效果差, 可能导致熄火; 温度太低, 容易导致测试精密度下降, 温度要在 10~30 °C 范围内, 一般设置为跟环境温度一致。

1.5 进样系统

(1) 要确保 3 个锥正确安装且密封良好; (2) 检查进样系统(炬管、雾化器)安装正确, 所有气体接口连接牢固, 炬管、雾化器、雾化室之间的连接正常且密闭; (3) 检查各进样毛细管和泵管(包括进样管和排水管)连接紧密, 正常缠好, 松紧度合适不存在老化。特别要注意泵管的连接方向, 要确保泵可以将雾化室的溶液正常排出且不会回流; (4) 为防止点炬时气体阀门打开后气体流动形成的负压将更多水汽带入炬管中, 点炬时不要将进样管插入溶液中, 这样可使点炬区域处在更好的氦气氛围, 更顺利的点炬。进样系统常见问题对仪器性能可能产生的结果及纠正措施如表 1 所示。

表 1 进样系统常见问题对仪器性能可能产生的结果及纠正措施

Table 1 Possible results and corrective actions of common problems on instrument performance in injection system

问题 Problems	可能产生的结果 Possible results	纠正措施 Corrective actions
蠕动泵管老化, 导致传输到雾化器的样品量少 蠕动泵转速不合理或泵管夹紧力不合理, 导致样品传输失败	灵敏度偏低、精密度低 灵敏度偏低、 氧化物比例高、精密度低	检查泵管是否磨损或老化, 必要时更换泵管 根据雾化器流量范围和泵管内径优化转速; 调节螺钉调整夹紧力确保液体流动自由顺畅
雾化器、雾化室安装位置不正确或雾化器堵塞, 导致样品没法正常雾化或不稳定	灵敏度偏低、精密度低	重新安装, 若堵塞, 用头发丝从雾化器喷口朝进样口方向疏通或 将雾化器喷口浸入溶液中反方向抽吸或泡酸处理使其畅通
锥口存在盐或碳沉积, 甚至锥孔堵塞, 导致离子 传输失败(特别是做完高盐或高有机样品测试)	灵敏度偏低、双电荷比例高	若锥孔较明显堵塞, 真空液位会异常低, 则清洁锥
锥孔过大, 导致真空度不好, 影响离子的自由程	灵敏度偏低	若锥孔比较大, 真空液位会异常高, 则更换锥
进样系统或接口密封性不好或安装错误漏气, 导致离子传输效率低, 同时影响真空度	灵敏度偏低、氧化物比例高	重新安装锥, 必要时更换 O 型圈
氦气纯度不够	质荷比为 8 或 220 的 背景响应高	换高纯度氦气
进样系统(包括毛细管、泵管、 雾化器, 雾化室、炬管等)脏	质荷比为 8 或 220 的 背景响应高、氧化物比例高	清洗或更换进样系统

2 调谐

正常点炬后,待仪器稳定,需对仪器进行调谐以便对仪器性能进行检查。通常采用调谐液(含 1 $\mu\text{g/L}$ Be、Ce、Fe、In、Li、Mg、Pb、U)利用仪器软件系统 Smart Tune 中 STD Performance Check 对仪器灵敏度、背景、氧化物比例、双电荷比例等性能状态

进行检查。当仪器性能确认通过时,则开始正常工作。当仪器性能不满足条件时,通过排查,找出问题并解决。常见可能导致仪器性能异常的参数如表 2 所示,可先利用 Smart Tune 进行优化,若无法解决,必要时重新安装进样系统或联系工程师对仪器进行维护。Smart Tune 常用项目及其默认信息如表 3 所示。

表 2 可能导致仪器性能异常的常见参数

Table 2 Common parameters that may cause abnormal performance of the instrument

参数 Parameter	可能产生的结果 Possible results
雾化气流量不合理	灵敏度偏低、氧化物比例高
质量轴发生偏移,导致测量的信号位于谱峰的一侧或偏离谱峰	灵敏度偏低、质荷比为 8 或 220 的背景响应高
炬管定位不正确,降低了离子传输效率	灵敏度偏低
采样深度不正确,导致目标离子不在采集区域	灵敏度偏低
偏转电压不合理	灵敏度偏低
检测器老化或检测器电压不合理	灵敏度偏低、质荷比为 8 或 220 的背景响应高
射频功率不合理,在一定范围内射频功率越高炬焰温度也越高, 离子化效率更高,但不是越高越好	灵敏度偏低、氧化物比例高、双电荷比例高
反应池入口/出口电压不合理(仅限多模式仪器)	灵敏度偏低、质荷比为 8 或 220 的背景响应高
反应池杆补偿电压不合理(仅限多模式仪器)	灵敏度偏低、质荷比为 8 或 220 的背景响应高、双电荷比例高
四极杆离子偏置电压不合理(仅限多模式仪器)	灵敏度偏低
四极杆补偿电压不合理,可能低于 -1.5 V,引起邻近峰增宽(仅限多模式仪器)	灵敏度偏低、质荷比为 8 或 220 的背景响应高

表 3 Smart Tune 常用项目及默认信息

Table 3 Common items and default informations of Smart Tune

优化 Optimization	准则 Criteria	范围 Range	步长 Step
雾化气流量/(L/min)	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, $I(^{155,9}\text{CeO})/I(^{139,905}\text{Ce}) \leq 0.025$	0.800~1.200	0.020
辅助气流量/(L/min)	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, 取强度最大时的参数	0.800~1.400	0.025
等离子体气流量/(L/min)	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, 取强度最大时的参数	13.000~20.000	0.500
炬焰校准	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, 取强度最大时的参数	未明确	未明确
炬焰采样深度/mm	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, 取强度最大时参数	1.000~-1.000	-0.500
四极杆的离子偏置电压/V	比较 $^{7,016}\text{Li}$ 、 $^{23,985}\text{Mg}$ 、 $^{114,904}\text{In}$ 、 $^{139,905}\text{Ce}$ 、 $^{207,977}\text{Pb}$ 、 $^{238,05}\text{U}$ 的强度	-20.000~0.000	0.500
等离子体射频功率/V	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, 取强度最大时的参数	1 000.000~1 600.00	50.000
(反应池入口/出口电压)/V	比较所有分析物的响应强度, 质荷比为 220 的背景响应不超过 5 cps	-20.000~0.000	1.000
反应池杆补偿/V	比较所有分析物的响应强度 质荷比为 220 的背景响应不超过 5 cps,强度比 $I^{\text{a}}(^{69,9527}\text{Ce}^{++})/I(^{139,905}\text{Ce}) \leq 0.03$	-20.000~0.000	1.000
四极杆补偿/V	比较所有分析物的响应强度, 质荷比为 220 的背景响应不超过 5 cps	-10.000~0.000	0.500
偏转电压/V	比较 $^{114,9}\text{In}$ 的响应强度, 取强度最大时的参数	-16.000~-8.000	0.250

续表 3

优化 Optimization	准则 Criteria	范围 Range	步长 Step
检测器电压/V	^b 脉冲 76, 强度改变 10% ^c 模拟 80, 增益 10 000	600~1 300 -1 600~-1 900	50
质量校准和分辨率	质量校准时精确度为 0.05 amu, 分辨率时精确度为 0.03(+/- amu), 10%峰高分辨率为 0.7 amu	未明确	未明确

^a: 69.952 7 是质荷比; ^b: 脉冲模式下, 质荷比为 76 处的响应; ^c: 模拟模式下, 质荷比为 80 处的响应。

3 故障及排查处理案例

3.1 故障一

问题: 软件无法触发真空启动。

排查及处理: 检查机械泵连接正常, 查看仪器的真空触发开关, 发现面板上开关并没有复位(复位时开关两头为水平), 将真空开关复位后, 软件正常触发真空启动。

3.2 故障二

问题: 系统报错“反应池气体 A 流量在范围之外(Cell gas A flow outside range)”。

排查及处理: 考虑参数设置有问题, 将动能歧视模式下的 Cell A 流量改为 0, 没解决。最后发现用针状物通过仪器下方小孔对 Cell A 气路进行复位校准(建议由工程师处理), 成功解决。

3.3 故障三

问题: 炬焰点着后, 马上熄灭, 系统报错“等离子体不能持续(Plasma could not be sustained)”。

排查及处理: 依次检查供气系统、排风系统、进样系统均正常, 发现工程师在装机时, 将“等离子气流量”设为 15 L/min, 而“电感耦合等离子体射频功率”设为 1 000 W, 其他参数不变。将“电感耦合等离子体射频功率”调到 1 300 W 后, 点炬正常, 调谐优化正常。射频功率高些, 所产生的高频电流也会强些, 电流产生的强磁场引发自由电子和氩气原子的碰撞, 产生更多的电子和离子, 最终形成更加稳定的高温等离子体。

3.4 故障四

问题: 进样系统维护后, 测试过程熄火, 系统报错“涡轮泵马达电流在范围外(Turbo pump motor current outside range)”。

排查及处理: 发现“涡轮泵真实电流(Turbo pump current RB)”在测试过程达到 4.0 Amps 导致熄火。分析可能原因有: 分子涡轮泵故障、刚开机真空度达不到、真空系统漏气等。考虑到已经进行了进样系统维护, 因此首先排查真空系统是否漏气。将采样锥、截取锥、超锥、密封圈拆下再重新装回, 试

机工作正常(Turbo pump current RB 3.6 Amps)。

3.5 故障五

问题: 在测试样品过程中突然熄火, 系统报错“射频发生器栅电流高(RFG grid current high)”。

排查及处理: 依次检查排液是否正常、炬管是否进水、进样液滴是否存在颗粒, 均未发现问题。考虑锥接口问题, 重新拆装锥, 点炬试机正常。

3.6 故障六

问题: 点炬后熄火, 系统报错“等离子体不能持续, 射频发生器栅电流高(Plasma could not be sustained; RFG grid current high)”。

排查及处理: 依次排查样品是否存颗粒、炬管是否进水、氩气纯度和压力是否满足要求, 均未发现问题。进一步考虑为超锥密封圈、炬管等离子体气和辅助气入口处 O 型圈变形, 导致需要在特定方位角度才能确保密闭性, 重新安装进样系统(含雾化器、雾化室、炬管、锥), 试机正常。建议平时应该注意接口处密封性检查, 必要时及时更换相关 O 形圈。

3.7 故障七

问题: 点炬后约 20 min 熄灭且同样情况反复出现、在气体流量优化时熄火, 仪器报警“等离子体不能持续(Plasma could not be sustained)”。

排查及处理: 检查风量、氩气纯度压力、进样系统, 均正常, 更换炬管后, 重新点炬, 调谐优化正常。在故障现象解决后, 作者曾两次将故障发生时所用的炬管重新装回去, 故障现象重新出现, 而再次更换新的炬管后, 故障现象又解决, 因此可以确认是炬管的问题。考虑炬管为比较精密的玻璃耗件, 可能由于炬管长时间使用及维护保养, 出现了细微而又无法察觉到的问题, 导致无法正常工作。

3.8 故障八

问题: 系统报错“与仪器失去通讯(No Communication with instrument)”。

排查及处理: 重启电脑后无法解决, 考虑重启仪器, 按下仪器泄真空按钮无反应, 考虑仪器内部主板进入休眠状态, 仪器失控, 通过强制关电源, 关机械

泵电源(需要特别强调的是该操作是仪器处在按正常关机操作完全不起作用的“失控”状态下,属于非常特殊情况下不得已而为之的反常操作,可能对仪器产生较大损害。执行该操作前应先咨询工程师确认),10 min后,关仪器主机电源,半小时后按正常开机操作,并尝试从仪器面板上真空开关启动无反应,通过软件启动也无反应,发现未接通氦气,接通氦气后,通过面板控制开关,成功启动通讯正常(很多传感器需要在仪器通氦气的前提下才能正常启动触发)。

3.9 故障九

问题:关机1个月后,真空机械泵无法启动工作,系统报错“初级泵电机电压在范围之外(Roughing pump motor voltage outside range)”。

排查及处理:因当时正处在冬天,在开机前实验室未提前开启暖气,气温只有5℃左右。为了确认是否由于环境温度偏低,导致泵油粘度过大拖不动,通过暖气升高室内温度至20℃,同时让电容元件放电完毕。重新通电后,仍无法解决,所以怀疑可能出现开关保护(第1次没启动起来,红绿开关保护),将红绿开关拨回绿色(按下),正常启动。

3.10 故障十

问题:仪器装完进样系统后,点炬失败,不存在错误提示。点火时炬焰闪几下,但点不着炬焰。

排查及处理:按顺序逐渐排查可能原因,重装炬管(查漏气)、换气体(考虑气体纯度)、检查雾化室是否有水、雾化器雾化是否正常、检查射频线圈是否变形,并用校正规校正后重新装回、检查射频线圈是否积碳(并用无水乙醇擦洗),均正常。用复位器测炬管安装效果,发现炬管偏离了线圈中心位置。通过调整雾化室和炬管连接处旋钮(如图2),改变螺丝对

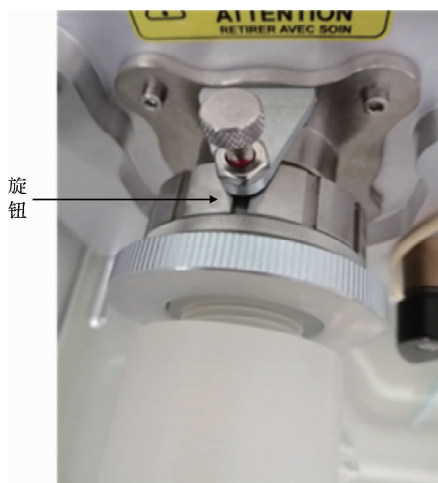


图2 雾化室和炬管之间的旋钮

Fig. 2 Rotary knob between atomization chamber and torch

应的槽,调整炬管安装角度,点火正常。

4 结语

ICP-MS作为精密分析仪器,任何微小的细节都可能导致故障的发生。使用者需要系统地了解仪器各部分部件的工作原理,精心维护保养,提高自身的操作素养,减少故障的发生;同时不断学习积累,提高分析水平,使得出现故障时,能及时排查,确保工作正常顺利进行。

感谢珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司工程师在部分故障排查过程的帮助与指导。

参考文献:

- [1] 马冲先,刘洁,刘巍.电感耦合等离子体质谱分析应用的新进展[J].分析试验室,2019,38(6):732-760.
MA Chongxian, LIU Jie, LIU Wei. Recent advances and applications of inductively coupled plasma mass spectrometry analysis[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(6): 732-760.
- [2] 邵丹丹,王中媛,张宏康,等.电感耦合等离子体质谱法联用技术应用研究进展[J].食品安全质量检测学报,2017,8(9):3403-3408.
SHAO Dandan, WANG Zhongyuan, ZHANG Hongkang, et al. Application progress of inductively coupled plasma mass spectrometry hyphenated techniques [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2017, 8(9): 3403-3408.
- [3] Francisco L, Eduardo B, Javier J L. Single particle inductively coupled plasma mass spectrometry: a powerful tool for nanoanalysis[J]. Analytical Chemistry, 2014, 86(5): 2270-2278.
- [4] Francisco L, Ana C G I, Eduardo B, et al. Single particle inductively coupled plasma mass spectrometry as screening tool for detection of particles[J]. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2019, 159(1): 105654.
- [5] Björn M, Volker N. ICP-MS for the analysis at the nanoscale—a tutorial review [J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2018, 33(9): 1432-1468.
- [6] 王海龙. 单细胞电感耦合等离子体质谱分析方法的建立及应用研究[D]. 北京:中国科学院高能物理研究所, 2017.
- [7] 刘静波,张更宇. 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)在环境监测领域日常维护及故障排除[J]. 中国无机分析化学, 2017, 7(4): 102-107.
LIU Jingbo, ZHANG Gengyu. Regular maintenance and

- malfunction elimination of ICP-MS in environmental monitoring[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2017, 7(4): 102-107.
- [8] 苑国强, 赵晶晶, 何秀娟. NexION 300X 型电感耦合等离子体质谱仪的日常维护及故障排除[J]. 化学分析计量, 2015, 24(4): 94-96.
YUAN Guoqiang, ZHAO Jingjing, HE Xiujuan. Regular maintenance and malfunction eliminating of NexION-300 inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2015, 24(4): 94-96.
- [9] 徐崇颖, 王茜, 杨嘉晖, 等. 电感耦合等离子体质谱仪故障分析与处理[J]. 冶金分析, 2019, 39(3): 49-53.
XU Chongying, WANG Qian, YANG Jiahui, et al. Fault analysis and treatment of inductively coupled plasma mass spectrometer[J]. Metallurgical Analysis, 2019, 39(3): 49-53.
- [10] 张庸, 闫秀芬, 杨丽, 等. X Series II 型电感耦合等离子体质谱仪的故障解析[J]. 理化检验(化学分册) (Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis), 2014, 50(7): 903-905.

Use and fault handling of NexION 350X inductively coupled plasma mass spectrometer

CHEN Jinfa

(Experiment Center, Pubic Health School of Fujian Medical University, Fuzhou 350122, China)

Abstract: Inductively coupled plasma mass spectrometer (ICP-MS) has been widely used in various fields. On one hand, the user should use and maintain the instrument correctly to reduce the failure rate. On the other hand, the user should be able to check the failure in time to ensure that the work is smoothly carried out. NexION 350X inductively coupled plasma mass spectrometer (with Synigistix Version 1.1 software) produced by PerkinElmer company was selected as an example to introduce the preparation of equipment for normal torch lighting in detail. The common problems of sampling system and their corrective measures as well as the common parameters that affect the performance of the instrument were listed. Ten cases of instrument troubleshooting were shared. The study provided references for the persons who were engaged in related work.

Key words: inductively coupled plasma mass spectrometer(ICP-MS); maintenance; injection system; fault handling