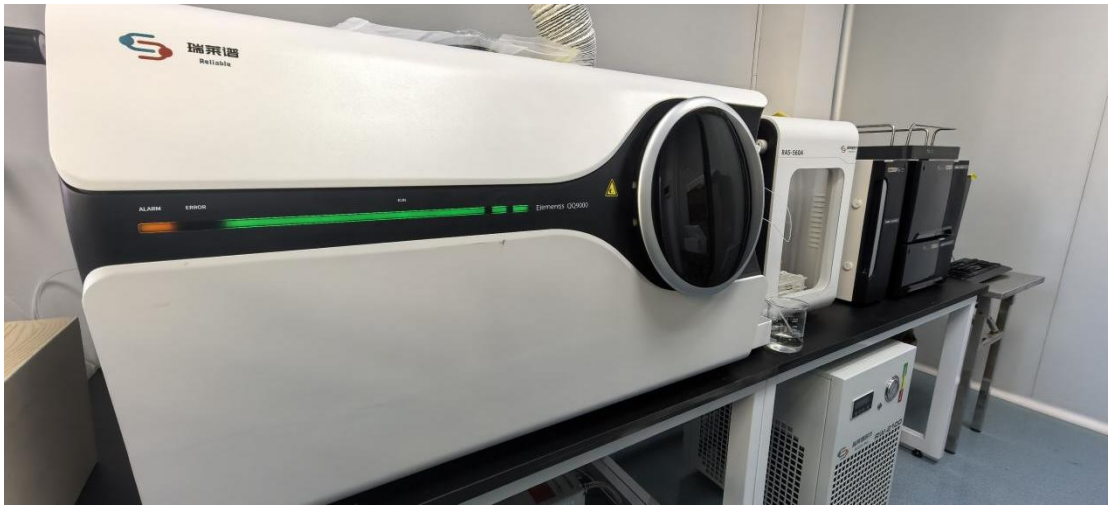
# 电感耦合等离子体质谱仪 Elementis QQ9000

# 形态分析技术说明书




## 一、仪器功能

电感耦合等离子体质谱仪 Elementis QQ9000 配置液相色谱（LC）联机技术可用于环保、食品、材料、生物医药等行业中痕量金属元素的价态分离及分析。符合《GB 5009.11》、《GB 5009.17》、《SN/T 4585》、《GB/T 23372-2009》、《GB/T 34435-2017》《HJ 1074-2019》等国家标准要求。

## 二、仪器工作环境

工作环境温度： 18-26℃.

工作环境湿度：（20~ 80）%R.H. (无冷凝)

电源：单相 200-240V@50 Hz，电流大于 40A 单相三线供电电路。

## 三、仪器技术性能说明

### 1.电感耦合等离子体质谱部分

**1.1 进样系统**

1.1.1 蠕动泵：四通道蠕动泵，最高可调节速度为 100 转/分钟，可快速进行管路清洗。

1.1.2 雾化器：高效率同心雾化器，提供最佳的雾化效率。

1.1.3 雾化室：小体积旋流型雾化室，死体积小，低记忆效应。标配半导体制冷装置，对雾化室制冷，控温范围-15～20℃。

1.1.4 矩管：分体设计的可拆卸式石英炬管，可拆分为炬管座、矩管和中心管，独立装配。预准直的炬管座内置式气路连接，易操作的卡式推入炬管设计，气路连接通过 O 型

圈密封连接，日常更换维护而无需拆卸气体管路。

1.1.5 中心管：中心管分离，支持根据不同样品类型和性能要求灵活选配不同规格的中心管，更换操作简单方便。

**1.2 离子源**

1.2.1 离子源：自激式全固态 RF 发生器，频率为 27.12 MHz，频率稳定性< ±0.01%。采用变频技术快速匹配等离子体负载变化，无需匹配箱。无需屏蔽炬等额外的昂贵消耗品，可虚拟接地消除锥口二次电弧放电，延长锥使用寿命。

1.2.2 正常测试功率可在 500-1600W 内连续可调。

1.2.3 支持低功率待机模式，在分析样本的长时间间隙可配置自动进入该模式，节省氩气的消耗。

1.2.4 等离子体炬位调整：步进电机进行三维(X,Y, Z 方向)移动控制，控制精度<0.05mm，软件可自动优化选择最优的等离子炬焰位置。

1.2.5 等离子体工作线圈采用水冷方式。

**1.3 接口**

1.3.1 提取透镜：真空接口和提取透镜组合设计，提高抗基体和耐污染能力，确保长期分析复杂基体样品的稳定性。

1.3.2 提取透镜可工作在正电压、零电压、负电压三种工作模式，满足等离子体不同工作模式和分析性能的要求。

1.3.3 真空接口包括采样锥和截取锥，采样锥的孔径为 1.1mm，截取锥的孔径为 0.4~0.7mm。

**1.4 离子传输系统**

1.4.1 在检测器前的离子光路中，通过四次离子偏转分别在碰撞反应池前后各实现一次离轴传输（非 90 度直接偏转），二次离轴充分剔除光子和中性粒子的噪声，保证实际样品分析时的最佳分析信噪比;同时离子传输偏转透镜、碰撞反应池和四极杆质量分析器可免拆洗。

**1.5 碰撞反应池**

1.5.1 池体内部或池体前端应能实现强反应性气体下反应副产物的去除功能。

1.5.2 同时使用多种工作模式，包括标准模式、碰撞模式、反应模式三种模式，各模式之间可以自动切换。支持一个方法中使用三种模式（标准模式、碰撞模式与反应模式）实现干扰的消除。

1.5.3 支持氦气、氢气、氧气、氨气、甲烷气的使用，支持气体的在线混合。一个元素可以同时使用 2 种碰撞反应气体分析，即可以在碰撞反应池里面同时通入两种碰撞反应气。使用氦气时，碰撞反应池氦气流量不低于 10 mL/min。

1.5.4 优化的气路与结构设计，支持标准工作模式和碰幢工作模式快速切换（碰撞模式切换为标准模式时间＜5s）。

1.5.5 碰撞反应池的射频驱动工作频率 3MHz。

**1.6 四极杆质量分析器**

1.6.1 高精度纯钼材料四极杆，保证最佳的质谱峰形与质量轴稳定性。

1.6.2 四极杆驱动工作频率为 2.5MHz。

**1.7 离子检测器**

1.7.1 采用脉冲/模拟双模式电子倍增器：进样过程中同时完成扫描和跳峰分析（定性和定量分析），并可在模拟和脉冲模式之间实现自动切换。

1.7.2 同时双通道模式的高速检测器，具备降噪功能，线性动态范围≥10 个数量级。

**1.8 气路系统**

1.8.1 标准配置质量流量计可通过计算机对气体进行控制，包括等离子体气中的冷却气、辅助气和雾化气。标准检测状态下总氩气消耗量 ≤16.5L/min，低功率待机模式总氩气消耗量≤8L/min。

1.8.2 标准配置两路碰撞反应气流量计。

1.8.3 可以选配两路质量流量计，用于在线稀释气体和附加气控制。

1.8.4 仪器可配置全自动在线气体稀释装置，稀释气体流量可调，可在矩管之前把含 25%NaCl 的样品的基体稀释到 0.3%NaCl 以内。稀释倍数可调，最大倍数大于等于 100 倍。

**1.9 真空系统**

1.9.1 真空泵配置：1 三口分子泵 + 1 机械泵。

1.9.2 大气压开始抽至可工作的真空度的时间小于 35 分钟（首次开机除外）。滑动阀关闭后，静态真空度维持在<$5\times10^{-7}$mbar（滑阀关闭）。分子泵抽速>400 L/s。

**1.10 自动进样器**

1.10.1 由样品架托盘，样品架，试管架，清洗系统，三轴移位系统，取样针，控制系统等组成，有耐腐蚀密闭防尘罩整体保护样品免受环境影响。

1.10.2 样品位：240 位，大瓶清洗位：4 位。

1.10.3 可与智能快速自动进样系统联用。

**1.11 性能参数**

1.11.1 质量数范围：2-260amu。

1.11.2 标准模式下灵敏度:低质量数(Li 或 Be)：≥ 110Mcps/ppm；中质量数(Y 或 In)：≥ 500 M cps/ppm；高质量数(Tl 或 U)：≥ 500Mcps/ppm。

1.11.3 标准模式下（No Gas）随机背景：≤0.8cps (220amu)；He 模式随机背景：≤0.45 cps (4.5amu)。

1.11.4 氧化物离子(CeO+/Ce+) ≤2%；双电荷离子（Ce++/Ce+）≤3%。

1.11.5 仪器检出限（超纯水）：低质量数(Be)：≤0.5ppt；中质量数(In)：≤0.1ppt；高质量数(Bi):≤0.1ppt。

1.11.6 短期稳定性 (RSD): ≤ 2% （20min）。

1.11.7 长期稳定性 (RSD): ≤ 3% （2h）。

1.11.8 质量轴稳定性: ≤ 0.05 amu/24h。

1.11.9 分辨率（amu）：0.2-1（可调）。

1.11.10 丰度灵敏度：低质量数：≤5*107，高质量数：≤1*107。

1.11.11 同位素比精密度: ≤ 0.2 % （107 Ag/109 Ag）。

## 2.液相色谱部分

**2.1 色谱泵**

2.1.1 四元全惰性梯度泵，其整体流路为全惰性材质。

2.1.2 操作压力范围 0-720 bar。

2.1.3 流速范围：0.001mL/min-10.0mL/min。

2.1.4 流速精密度≤0.1% RSD。

2.1.5 梯度混合准确度：±0.5%。

2.1.6 梯度重复性：≤0.2%。

2.1.7 梯度延迟体积 800μL。

**2.2 自动进样器**

2.2.1 样品盘容量 108 位（2mL 标准样品瓶）。

2.2.2 进样范围 0.1～100μL。

2.2.3 进样精密度：0.5%（进样量 10μL 时）。

2.2.4 交叉污染：0.002%。

2.2.5 流路材质：全 PEEK 材料。

**2.3 柱温箱**

2.3.1 控温范围室温上 4℃～85℃。

2.3.2 控温精度±0.1℃。

**2.4 脱气机**

2.4.1 4 通道在线脱气机。

2.4.2 每通道内置体积 1.5mL。

## 3.软件部分

3.1 电感耦合等离子体质谱和液相色谱由一台电脑控制。使用同一套软件完成 ICP-MS 和液相仪器控制、联机数据采集和分析。

3.2 仪器具有图形化操作界面、直观显示仪器状态，报警信息。

3.3 智能提示耗材与关键器件维护周期。

3.4 支持标准工作模式，和碰撞工作模式在同一个样本分析方法中动态切换。

3.5 仪器状态信息管理系统，管理仪器所有使用过程中的状态信息，报警信息，检测信息，数据传输等。

3.6 全自动分析功能，一键完成仪器状态流程控制(启动/关闭仪器，炬位调整，等离子体参数，离子透镜，标准等离子体条件，标准技术与碰撞池技术切换等)，自动调谐，自动校准，自动诊断，直接进行样品分析。

3.7 智能化功能包括：智能优化仪器状态，智能冲洗，用户方法库管理，分析物信息库管理功能。

3.8 含与仪器操作软件兼容的正版操作系统，样品分析数据可以使用仪器设备操作软件进行离线数据处理并生成报告。

### 4.联机部分

4.1 与 ICP-MS 仪同厂家生产的 LC-ICP-MS 惰性联用接口，可实现液相流出物与 ICP-MS 进样管的无缝连接，并配置内标添加管。

4.2 可根据用户需要开放仪器数据接口，实现实验室 LIMS 系统与仪器双向联接。

4.3 联机性能：

4.3.1 100ppt 甲基 Hg、无机 Hg2+、乙基 Hg（以 Hg 计）等 3 种 Hg 形态的混合标准溶液可以用 LC-ICP-MS 在 10 分钟内完全分离并得出积分峰面积和保留时间等信息，各个 Hg 形态峰的信噪比 S/N＞3（符合 GB 5009.17 要求）；

4.3.2 As（III)、As（V)2 种 As 形态的混合标准溶液可以用 LC-ICP-MS 在 15 分钟内完全分离并得出积分峰面积和保留时间等信息（符合 GB 5009.11 要求）；

4.3.3 阿散酸可以用 LC-ICP-MS 在 13 分钟内完全分离并得出积分峰面积和保留时间等信息。

## 四、形态学分析应用实例

### 1.砷形态学分析

1.1 实验方法

1.1.1 仪器与试剂

电感耦合等离子体质谱仪 Elementis QQ9000 配置液相色谱（LC）+自动进样器。柠檬酸、己烷磺酸钠、氢氧化钠均为优级纯；磷酸和硝酸为优级纯，购自 sigma 公司；砷甜菜碱（AsB)、一甲基砷酸（MeAs)、二甲基砷酸（EtAs)、砷酸盐（AsV）的贮备液购自国家标准物质中心，砷元素标准购自国家标准物质中心.

1.1.2 仪器的工作参数

色谱条件:专用色谱柱(4.6x250mm,5Micron);流动相：砷形态专用流动相；流速1.2mL.min-1;进样量:5μL。

ICP-MS 的工作参数：入射功率 1550W；采样深度 4.0mm；玻璃同心雾化器；石英雾化室与炬管，雾室采用半导体控温于-5℃；Pt 采样锥和截取锥；采样模式：跳峰扫描。同位素：As75，积分时间 0.05s。

1.2 实验结果

下图为所选色谱体系下，以 QQ9000ICP-MS 作为检测器、进样量 5μL 时， 3 种 As 形态的色谱分离图。

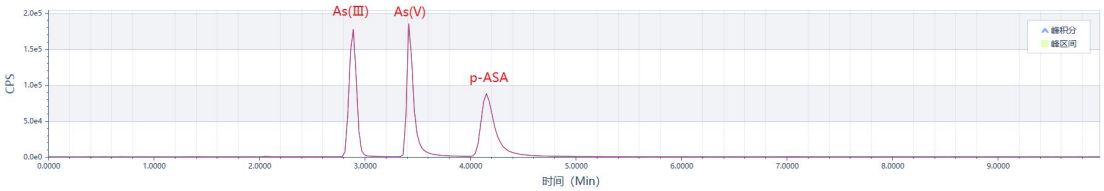



图 1 QQ9000ICP-MS+LC 联用分析 3 种 As 形态色谱图

## 2.Hg 形态学分析

2.1 实验方法

2.1.1 仪器与试剂

电感耦合等离子体质谱仪 Elementis QQ9000 配置液相色谱（LC）+自动进样器。醋酸铵（优级纯）；L-半胱氨酸（优级纯）；甲醇（色谱纯）.二价汞（Hg2+）、甲基汞（MeHg）、乙基汞（EiHg）标准溶液。

2.1.2 仪器的工作参数

色谱条件：AgilentZoraxPlusC18 色谱柱，4.6mm×150mm，5μm；流动相：A 相为 10mmol·L-1 醋酸铵/0.12%L-半胱氨酸，氨水调节 pH=7.5，经 0.45μm 滤膜过滤；B 相为甲醇。流动相流速为 1.0mL·min-1；进样量 10μL.等度洗脱。

ICP-MS 的工作参数：入射功率 1550W；采样深度 4.0mm；玻璃同心雾化器；石英雾化室与炬管，雾室采用半导体控温于-5℃；Pt 采样锥和截取锥；采样模式：跳峰扫描。同位素：Hg202，积分时间 0.05s。

2.2 实验结果

下图为所选色谱体系下，以 QQ9000ICP-MS 作为检测器、进样量 10μL 时，浓度约为

100ppt 的 4 种汞形态的色谱分离图。




图 2 QQ9000ICP-MS+LC 联用分析 3 种汞形态的色谱图

## 五、可选配置

包含但不限于以下型号及附件

| 序号 | 名称 | 说明 |
|---|---|---|
| 1 | 质谱 | ICP-MS 主机 Elementis QQ9000 主机 1 套：<br>（1）包含设备正常运行所需的所有硬件和软件配置，包含机械泵 1 台，分子涡轮泵 1 台，超高盐进样组件和具有在线气体稀释功能系统 1 套，循环水冷系统 1 套，所使用气路匹配的减压阀和连接件 1 套，仪器专用工具包 1 套等；<br>（2） 配套自动进样器 1 套（包含耐腐蚀防尘罩）；智能快速进样系统 1 套。<br>（3） ICP-MS 常用消耗品（备品备件）3 套<br>每套包含但不限于：矩管 1 根，雾化器 1 个,进样泵管 1 包，采样锥和截取锥各 1 个，内标管 1 包，机械泵油 1 瓶，ICP-MS 调谐液 1 瓶，ICP-MS 内标元素混合溶液（含 Li，Sc，Ge，Rh，In，Tb，Lu，Bi）1 瓶，ICP-MS 多元素混合标准溶液 1 瓶（包含但不限于验收用元素），采样锥用石墨导热垫片 1 包<br>（4）全惰性梯度泵（含在线脱气机）1 套，二极管阵列检测器（DAD）1 台，液相色谱用惰性自动进样器 1 套（含 2mL 样品瓶 100 个），柱温箱 1 套，原厂专用联机接口 2 套，元素形态分析色谱柱（满足产品参数 23 条款要求的 C18 配套色谱柱、预柱、阴离子交换柱、阴离子交换色谱保护柱）各 2 根，色谱用工具包 1 套，色谱常用消耗品包 |

| | | |
|---|---|---|
| | | 1 套（PEEK 管线、PEEK 接头、密封垫、样品瓶等消耗品 1 批） |
| 2 | 电脑 | （1）台式计算机联想开天 E50h G1t-D017 一台<br>配置清单：开天 E50h G1t-D017；海光 3350 (8 核 16 线程)；8G DDR4；256G NVMeSSD+1T 机械硬盘；2G 独立显卡；无光驱；统信 UOS；含键鼠；<br>（2）液晶显示器联想 V2445<br>（3）激光打印机 HP Laser 105W |
| 3 | 耗材配置 | 仪器专用铂金属材质采样锥和截取锥 |
| 4 | 进样系统 | 耐氢氟酸进样系统：<br>包含 1 套耐氢氟酸的雾化器、雾化室、炬管、铂采样锥和铂截取锥以及其他耐 HF 的必备部件 |
| 5 | 其他配套 | 山特主机 C10KS，山特 C12-100 16 节，A16 电池柜<br>（在突然断电情况下满足仪器继续工作至少 1 小时） |