

# 浅谈多接收器电感耦合等离子体质谱仪的日常维护

李国占<sup>1,3</sup>, 郝爽<sup>1,2,3</sup>, 王家松<sup>1,2,3</sup>, 刘文刚<sup>1,3</sup>, 涂家润<sup>1,3</sup>, 崔玉荣<sup>1,3</sup>,  
肖志斌<sup>1,3</sup>, 周红英<sup>1,2,3</sup>, 李惠民<sup>1,3</sup>

(1. 中国地质调查局天津地质调查中心, 天津 300170; 2. 中国地质调查局泥质海岸带地质环境重点实验室, 天津 300170; 3. 中国地质调查局华北科技创新中心, 天津 300170)

**摘要:**多接收器电感耦合等离子体质谱仪(以下简称MC-ICP-MS)广泛应用于同位素的准确测定,为地质、环境、考古等科学研究提供了破解“指纹密码”的重要工具,为地质科学研究提供了获取实验数据的重要手段。由于仪器部件老化、日常维护保养不到位和重要技术人员流动等原因,如果仪器长时间“带病”工作,故障率会增高,甚至濒临瘫痪,就很难保证同位素测试数据的可靠性。因此,掌握MC-ICP-MS各个部件的工作原理和特性及维护要领,加强日常的仪器维护,维持仪器正常运转,对于保障测试结果的准确度与精密度势在必行。本文结合长期实践经验,以Neptune仪器为例,重点介绍了MC-ICP-MS主要部件工作原理及维护要领,并对一些常见故障做详细分析,提出解决方案,以供相关技术人员参考与借鉴。

**关键词:** MC-ICP-MS; 质谱仪维护; 质谱仪故障; 烘烤仪器

**中图分类号:** TH843

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1672-4135(2019)04-0271-07

在同位素地球化学领域中,以多接收器电感耦合等离子体质谱仪(MC-ICP-MS)为代表的高精度同位素分析设备,为地球化学的飞速发展提供了巨大助力。十几年的时间,以高校、中科院和各类科研院所为代表的各类科研机构引进了上百台不同厂家生产的MC-ICP-MS,不但大大提高了传统放射同位素Lu-Hf<sup>[1-4]</sup>、U-Pb<sup>[5-7]</sup>、Rb-Sr、Sm-Nd<sup>[8-13]</sup>的测试效率和精度,而且使我国金属稳定同位素(Fe<sup>[14]</sup>、Cu<sup>[15]</sup>、Mo<sup>[16]</sup>、Li<sup>[17]</sup>、Mg<sup>[18]</sup>、Ca<sup>[19,20]</sup>等)的研究得到了迅速发展,为我国地质科学研究提供了重要的数据支撑。

目前国内常用的MC-ICP-MS主要包括赛默飞世尔(Thermo Fisher Scientific)公司生产的Neptune系列<sup>[21]</sup>、Nu仪器公司生产的Nu Plasma系列、VG公司生产的Plasma 54型号的质谱仪、GV公司生产的IsoProbe型号质谱仪等,其中Neptune市场占有率相对较高。在此以Neptune仪器为例,重点介绍MC-ICP-MS主要部件工作原理及维护要领,并分享一些常见故障的解决方案,以期对同行开展MC-ICP-MS仪器维护和测试工作有所裨益。MC-ICP-MS主要由进样系统(离子源)、真空系统、冷却系统、电路部分、接收器和磁场6个部分组成(图1),以下分述各部分的维护细节。

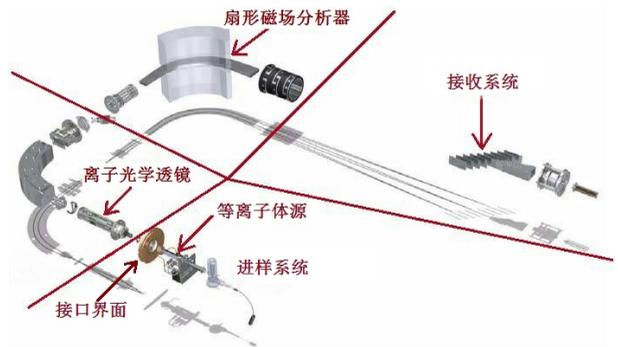


图1 NEPTUNE内部结构示意图(引自NEPTUNE说明书)  
Fig.1 The sketch map of internal structure of NEPTUNE(from Hardware Manual of NEPTUNE)

## 1 进样系统(离子源)的维护

进样系统主要由电感耦合等离子体(ICP)电离源、锥、接口和离子光学透镜组成,其工作原理及维护要领分别介绍如下:

### 1.1 ICP电离源(Ionization source)

ICP是一种常压下的高温电离源,连接不同的进样系统,可实现不同的测试功能。比如与冷却雾室或者膜去溶系统联用,辅以蠕动泵持续进样,可实现溶液样品的同位素比值测试,或与激光烧蚀系统联用。氩气(Ar<sub>2</sub>)为载气,可实现对固体样品的微区原

收稿日期:2019-03-22

资助项目:国家自然科学基金项目“铌铁矿微区原位U-Pb同位素定年标准物质的研制(41873066)”

作者简介:李国占(1979-),男,工程师,质谱仪维修专业,E-mail: 13612130989@139.com。

位同位素测试。

ICP电离源主要由高频发射器(RF Generator)、负载线圈(Load Coil)、等离子体炬管(Plasma Torch)、供气系统(gas supply)以及保护电极(Guard Electrode)组成(图2)。

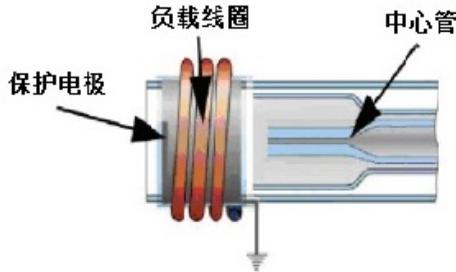


图2 等离子体炬管、负载线圈和保护电极示意图  
Fig.2 The sketch map of Plasma Torch, Load Coil and Guard Electrode

高频发射器的作用是产生高频磁场以供给等离子体能量。其频率为27.12 MHz,输出最大功率为4 KW,输出稳定性高;负载线圈的作用是将能量耦合给等离子体,并在点火成功后,在炬管内持续ICP放电;由于负载线圈和等离子体放电产生一个100~200 V的电位差,导致了等离子体与采样锥之间电容耦合产生二次放电现象。为了消除产生的电位差,在负载线圈和等离子炬管之间加装接地保护电极(图3)。



图3 保护电极在炬管中的位置  
Fig.3 The position of Guard Electrode on the Plasma Torch

等离子体炬管(Plasma Torch)由高纯度的石英材料精密加工而成,由冷却气(Plasma gas)、辅助气(Auxiliary gas)和雾化气(Nebulizer gas)三根同心进气管组成,通常是水平放置,同心于负载线圈内。根据仪器使用频率,每隔一两周要检查炬管的工作状态,看有无变形、变色或沉积情况。不同心的炬管会

导致灵敏度损失。更换新的炬管时,最好记下原炬管的位置,要确保与原炬管的位置一致,且要放置在负载线圈中心。若载气(氩气)或样品气(sample gas)加载不上时,可在空载时加上载气,检查中心管(injector)是否发生堵塞或变形等,必要时需及时更换。关于常见的等离子体点火故障现象、原因以及解决办法总结于表1。

表1 点火故障现象、原因以及解决办法  
Tab.1 The fault phenomenon and causes and the method of Igniting plasma

故障现象	故障原因	解决办法
点火失败或突然熄火	1) 等离子体冷却部分故障	1) 检查冷却气流速、确认水冷机工作是否正常
	2) Z轴(Z position)位置太偏,炬管与接口距离过近	2) 在软件中将炬管与接口间的距离设置在中间位置
	3) 反射功率高于50 W	3) 逐一排查高频发生器电源
	4) 点火线接触不好	4) 拔出炬管,重接点火线
	5) 屏蔽有问题或高频电缆松动	5) 将高频电缆装实
	6) 液氩压力不足	6) 打开增压阀或更换新的液氩
	7) 接口处“O”型橡胶圈需要更换,阀门开启困难	7) 更换“O”型橡胶圈
	8) 瞬间通入大量载气	8) 重新点火,缓慢加入载气
加载 sample gas 时熄火	1) 线圈与炬管的相对位置错误 2) Match box 故障	1) 重新安装炬管 2) 更换 Match box
顺利完成点火流程而无火炬存在	高频发生器(RF Generator)已损坏	更换高频发生器(RF Generator)
不明原因熄火	高频发射器里面的24V电磁阀不能完全打开	清洗阀体

### 1.2 锥(cone)

锥分为采样锥(sample cone)和截取锥(skimmer cone)(图4)。NEPTUNE系列仪器采样锥(sample cone)有两种: standard sample cone 和 Jet sample cone; 截取锥(skimmer cone)有两种: X skimmer cone 和 H skimmer cone。可以得到四种不同的锥组合,通过对比这几种锥的组合,得出采用 Jet sample



图4 采样锥和截取锥  
Fig.4 The sample cone and skimmer cone

cone 和 X skimmer cone 能明显提高测试的灵敏度<sup>[22]</sup>。由于采样锥两边压力分别为  $10^5$  Pa(ICP 界面) 和  $10^2$  Pa(提取界面) 形成了一个巨大的压力差,使正电荷离子通过采样锥孔后形成一个超声喷射流。以超声速度快速膨胀,几微秒后到达截取锥,然后通过截取锥进入更高真空的质谱中。由于位置的原因,采样锥比截取锥更容易发生堵塞和腐蚀。

采样锥和截取锥要定期检查和清洗,清洗时,分别用棉签蘸少量去离子水和 3% 的稀硝酸溶液擦拭锥面和锥孔各一遍,超声清洗 5 分钟,再用去离子水清洗锥表面,然后用超声清洗 5 分钟,最后用烘箱烘干。一般情况下,每半个月要检查一次锥和锥孔的

情况,每个月要清洗锥面和锥孔。安装锥时,采样锥后面的石墨线圈要正确安装,否则密封效果不理想,影响真空度。

### 1.3 接口(interface)

接口是 ICP 和 MS 的连接区域。大气压下,电离后的等离子体通过采样锥和截取锥,在挡热阀(Skimmer valve)开启时,被接口引入至  $10^{-4}$  Pa 压力的 MS 中。如点火失败,最后一步挡热阀不能自动打开,可在样品气(sample gas) 流速升至 0.8 L/min 时,手动打开阀门。或者也可更换阀门内部橡胶圈,并在橡胶圈上均匀涂抹高真空树脂,可彻底解决阀门开启困难问题(图 5)。

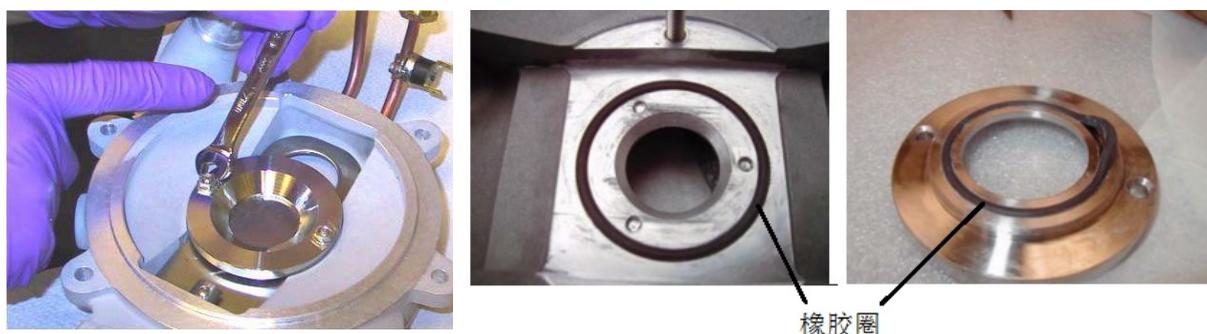


图 5 接口及内部橡胶圈示意图(图片引自 NEPTUNE 仪器说明书)

Fig.5 The sketch map of interface and the rubber rings (from Hardware Manual of NEPTUNE)

### 1.4 离子光学透镜(transfer lens)

在离子光学透镜上施加一定电压,利用离子的带电特性,将飞入截取锥的离子束收集并聚焦,调整其飞行轨迹,也在一定程度上去除了中性粒子的干扰。

离子光学透镜最前端是提取透镜(extraction lens)(图 6),其加载电压一般为 -2 000 V。这是离子光学透镜唯一需要定期维护的部件。当仪器没有采集数据时,提取透镜会自动关闭,操作界面中电压值“-2 000 V”将会显示为红色。除此之外,其它高压加不上(“-2 000 V”显示为红色)原因总结如下:1)真空

度不够,检查原因并达到要求后开启;2)高压关闭;3)分析阀门关闭或没有离子流进入系统;4)石墨电极表面积累大量杂质。此种情况下,需更换新的提取透镜。

## 2 真空系统的维护

真空系统由电磁阀、机械泵、分子泵、离子泵和接口泵组成<sup>[23]</sup>,通过它们共同作用,维持系统良好的真空度,以保证离子在分析管道中的传输效率。

### 2.1 电磁阀(Solenoid valve)

电磁阀是由电磁线圈和磁芯组成,电磁线圈通



图 6 提取透镜(extraction lens)示意图(图片引自 NEPTUNE 仪器说明书)

Fig.6 The sketch map of the extraction lens (from Hardware Manual of NEPTUNE)

电后产生磁力吸引克服弹簧的压力带动磁芯动作,从而达到阀门开合的目的。它是真空系统中最后一道阀门,当空气直接进入管道时,电磁阀的开启可以使内外气压保持一致。如空气中含有大颗粒灰尘,有可能影响电磁阀的气密性,造成真空不理想。可拆下电磁阀的阀体,超声清洗后,用吹风机吹干。

### 2.2 机械泵 (mechanical pump)

常用的机械泵有定片式、旋片式以及滑阀式,而最普遍采用的为旋片式真空泵(简称旋片泵),它是一种油封式机械真空泵。旋片式机械泵既可以单独使用,也可以作为其它高真空泵或超高真空泵的前级预抽泵,是真空技术中获得最基本真空的设备之一。<sup>[24-26]</sup>。

机械泵常见故障及对策<sup>[26]</sup>简要总结见表2。

表2 机械泵常见故障及对策  
Tab.2 The Common Fault and Treatment of Mechanical Pump

故障现象	故障原因	对策
不能达到极限真空	1)气镇阀处于开启状态 2)真空系统漏气 3)进气管太细 4)油封损坏 5)油质劣化	1)关闭气镇阀 2)排除真空系统漏点 3)更换口径大的进气管 4)更换油密封圈和密封套 5)更换新油
启动困难	1)电机问题 2)接线有误	1)检查电机电压及启动电容,必要时更换电机 2)检查线路
运转声音异常	1)电机轴承有问题 2)旋片损坏 3)缺油	1)修理电机 2)拆泵更换旋片 3)添加油
排气口冒烟	1)气镇阀开启 2)真空系统漏气 3)泵油液面超最大量程	1)关闭气镇阀 2)排除真空系统漏点 3)减小油量
泵体漏油	1)泵长期工作在高压状态下 2)泵壳、前盖“O”型圈或油封损坏	1)更换耐热密封件 2)更换“O”型圈或油封

### 2.3 涡轮分子泵 (Turbo molecular pump)

涡轮分子泵的抽气机理与机械泵靠泵腔容积变化进行抽气的机理不同,利用了动量传递原理,使分子定向流动而被排出泵外,从而达到抽气的目的。它也是一种机械式真空泵,通过高速旋转的多级涡轮转子叶片和静止叶片的组合进行抽气,在分子流区域内对被抽气体产生很高的压缩比,从而获得所需要的真空性能。

涡轮分子泵工作状态下需要冷却水冷却,当冷却水水泵石墨叶片被打碎时,叶片的碎块可能会进

入涡轮分子泵的水冷部件,维修时除更换水冷机水泵外,还要将涡轮分子泵的水冷部件取下,清除其内部的水冷机水泵叶片的残存碎片,用水反复清洗管道,直到水变清澈为止。当水冷机出现故障时,要及时关掉涡轮分子泵。

涡轮分子泵具有很多优点,但是它也有一些缺点,见表3。

表3 涡轮分子泵的优缺点  
Tab.3 The advantages and disadvantages of the turbo molecular pump

优点	缺点
1)它可连续排气; 2)易获得清洁的超高真空 3)对一般气体,抽速几乎相同 4)操作与维护简单,维修周期长 5)启动和停车时间短 6)振动与噪音低	1)常压下不能启动 2)碎屑对扇叶有致命的破坏力 3)正常运转时,瞬间通入大气,可导致扇叶变形 4)工作时需持续冷却,受制于外部冷却条件

### 2.4 离子泵 (Ion getter pump)

离子泵的基本原理是利用阴极放电产生气体分子的离子,离子撞击阴极而被阴极捕捉,同时也产生溅射效果。阴极材料用金属Ti制作,金属Ti被溅射后,在腔体的内壁连续形成活性膜,继续和气体分子反应,从而不断进行排气。

平常工作时,离子泵电源板要处于“保护”模式,以防意外发生时烧毁电源。建议尽量少使用“START”模式,因为启动电流可能很大,保护功能一旦取消,容易烧毁电源。如果分析室真空被严重破坏,建议打开隔离阀,用分子泵抽至 $5 \times 10^{-7}$  mbar或更低时,再尝试开启离子泵。

### 2.5 接口泵 (Interface pump)

接口泵是一台大功率干泵,需要在水冷的工作环境下,在等离子体点火开始时打开,用以维持接口处的真空度,等离子体熄火后自动关闭。它具有效率高、清洁、震动小以及维护成本低的优点。目前对其维护,只需定期用注射器加注专用润滑油即可。

## 3 冷却系统的维护

Neptune的磁场分析器、分子泵、RF发生器、接口、ICP以及干泵等部件均需冷却,尤其是磁场分析器部分,需要用电导率为 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm} (25^\circ\text{C})$ 的超纯水冷却,否则易导致高压放电,因此须单独冷却。

冷却系统是由水冷机完成的,对水冷机的日常

保养很重要。注意观察水位变化,缺水时及时加水。水位指示不一定准确,最好将水过滤网取出后观察。因为水中滋生细菌或水脏后,过滤微孔被阻塞,水不能立刻经过滤网,造成误读。如果发现水的颜色变浑,应立即清洗管路,更换去离子水。同时保证水冷机周围通风,使其散热。另外定期清洗水冷机空气过滤网。当分子泵底部及磁铁上出现结露或水珠时,除降低空气湿度外,还可适当提高水温至22℃左右。当出现水压低的故障时(此时屏幕会显示错误代码),通常是水泵的石墨叶片损坏,须更换新的水泵,消除故障。

## 4 电路的维护

电路部分设计极其复杂,由于其高度集成,大多采用模块化设计。如某功能故障,一般可直接检查此功能模块或相关模块。

以高压为例进一步说明:

如操作界面显示-10 000 V高压不能打开,拔下高压导线,用高压探头检查高压电路板上输出端,如输出正常,就要考虑以下几个方面的问题:

(1)磁铁冷却水的水质较差;

(2)有放电的声音,可能是静电分析器(ESA)的绝缘有问题或狭缝后面的几组高压引线脱落;

(3)没有放电的声音,可能处于保护状态,检查仪器周围的门是否关好;

(4)-5 000 V以下可以打开,-5 000 V以上不能打开且没有放电的声音,原因可能是滤质过滤器(RPQ)板已击穿。

## 5 接收器的维护

Neptune的接收器系统是由8个可移动的法拉第杯(F)和一个固定的中心通道(C)组成。中心通道配置了一个法拉第杯和一个二次电子倍增器(SEM)。每个法拉第杯都连接到一个电流放大器,Neptune最多可配置17个离子通道,即9个法拉第杯和8个离子计数器(IC或CDD)。

接收器是质谱仪的核心部件,要定期做增益(GAIN)检查,并检查接收器是否在合理位置,同时,要注意接收器量程,确保信号强度不要超过其检测允许的最大量程。

根据仪器灵敏度的要求,定期调整SEM的电压,使其增益保持在适当水平。新的SEM初始电压一般

在1 600 V左右,当工作电压必须调高至3 000 V,才能保证增益保持在适当水平时,需更换新的SEM。

## 6 磁场分析器

扇形磁场分析器是匀强磁场,采用Nier-Johnson双聚焦结构<sup>[27,28]</sup>,通常由数块平行的铁片组成,主要用于通过磁场的不同质量数离子的分离。此部件很稳定,一般情况下不需维护。但在仪器待机不超过两天时,最好将磁场置于扫描质量数适中位置(如<sup>88</sup>Sr),以保证磁场有更好的稳定性。当待机时间超过两天或更长时间时,必须在操作系统中将磁场设置成保护状态。

## 7 整机烘烤(Baking)

当离子源分析室水分较大或样品水分较大时,难以达到测试要求的高真空度,而离子源烘烤(Baking source)可有效去掉大部分残存水分,加快获得较好真空度的进程。分析室进大气后,需进行接收器室烘烤(Baking Mcoll),或整机烘烤<sup>[13]</sup>。当样品数值偏离真值较大时,整机烘烤有时能解决问题。需要注意的是:整机烘烤或接收器室烘烤前,必须打开隔离阀;离子源烘烤时,必须关闭隔离阀。

整机烘烤前应做的工作:1)打开仪器后部及顶部的盖子;2)拔去接收器室上面法兰上的所有连线;3)拔去RPQ(IC1)的所有连线,去掉IC1金属盒;4)移开放大器室(先关放大器阀,再破坏内部真空),将加热线圈套在放大器法兰上;5)拔出磁场探头;6)取出磁铁固定螺丝和定位及保护螺丝,将磁铁沿滑道向外推移至最远距离,固定磁铁使其不能随意滑动;7)装外部加热器,插头插入baking插座;8)盖加热罩;9)打开隔离阀;10)磁铁与加热罩间最好用锡箔隔开。

烘烤注意事项:1)关闭室内空调;2)设置离子泵延迟开启,并将其电源处于保护状态;3)保证分析阀门一直处于开启状态;4)从安全角度考虑,尽量不要在无人值守下进行;5)烘烤结束12小时内严禁触碰仪器表面,以免烫伤。

## 8 结论

以上通过对MC-ICP-MS的主要部件的功能介绍,着重说明了各个部件的维护要点以及一些常见故障的排除方法。总之,实践证明,定期对MC-ICP-MS进行必要的检查和维护保养,能更深入地了解仪

器结构和运行状况,大大降低仪器的故障率,延长其使用寿命,提高仪器测试数据的精度,最终保证仪器分析样品的准确性。

#### 参考文献:

- [1] 吴福元,李献华,郑永飞,等. Lu-Hf同位素体系及其岩石学应用[J]. 岩石学报, 2007, 23(2):185-220.
- [2] 李献华,梁细荣,韦刚健,等. 锆石 Hf 同位素组成的 LAM-MC-ICPMS 精确测定[J]. 地球化学, 2003, 32(1): 86-90.
- [3] 谢烈文,张艳斌,张辉煌,等. 锆石/斜锆石 U-Pb 和 Lu-Hf 同位素以及微量元素成分的同时原位测定[J]. 科学通报, 2008, 53(2):220.
- [4] 侯可军,李延河,邹天人,等. LA-MC-ICP-MS 锆石 Hf 同位素的分析方法及地质应用[J]. 岩石学报(10):277-286.
- [5] 周红英,耿建珍,崔玉荣,等. 磷灰石微区原位 LA-MC-ICP-MS U-Pb 同位素定年[J]. 地球学报, 2012(6):857-864.
- [6] 涂家润,肖志斌,曲凯,等. 氟碳铈矿 U-Pb 定年技术研究[J]. 地球学报, 2017, (6):102-108.
- [7] Alembert A G, Urs S K, et al. Evidence for Archean inheritance in the pre-Panafrican crust of Central Cameroon: Insight from zircon internal structure and LA-MC-ICP-MS U-Pb ages[J]. Journal of African Earth Sciences 120 (2016): 12-22.
- [8] Ramos F C, Wolff J A, Tollstrup D L. Measuring  $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$  variations in minerals and groundmass from basalts using LA-MC-ICPMS[J]. Chemical Geology, 2004, 211(1-2):0-158.
- [9] Zhang, Le, Ren, Zhong-Yuan, Wu, Ya-Dong, et al. Sr isotope measurement of basaltic glasses by LA-MC-ICP-MS based on a linear relationship between analytical bias and Rb/Sr ratios[J]. Rapid Communications in Mass Spectrometry.
- [10] Sanchez-Lorda, M.E, Ibarguchi G, et al. Concomitant measurement of Nd-143/Nd-144 and  $(^{147}\text{Sm}/\text{Nd}-144)$  ratios; without isotope dilution in geological samples: An assessment of MC-ICP-MS capabilities[J]. 2013, 333(10):34-43.
- [11] 杨岳衡,杨进辉,吴福元,等. 激光原位 LA-MC-ICP-MS 测定地质样品 Sm-Nd 同位素方法新进展[J]. 矿物岩石地球化学通报, 2016, 35(3):422-431.
- [12] 杨岳衡,孙金凤,谢烈文,等. 地质样品 Nd 同位素激光原位等离子体质谱(LA-MC-ICPMS)测定[J]. 科学通报, 2008(5).
- [13] 侯可军,秦燕,李延河,等. 磷灰石 Sr-Nd 同位素的激光剥蚀-多接收器电感耦合等离子体质谱微区分析[J]. 岩矿测试, 2013, (04):33-40.
- [14] Yagob T, Albert V D W, Bode P, et al. Measurement of the enriched stable isotope  $^{58}\text{Fe}$  in iron related disorders-comparison of INAA and MC-ICP-MS[J]. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology, 2019, 53:77-83.
- [15] Zhi-Yong Zhu, Shao-Yong Jiang, Tao Yang, et al. Improvements in Cu-Zn isotope analysis with MC-ICP-MS: A revisit of chemical purification, mass spectrometry measurement and mechanism of Cu/Zn mass bias decoupling effect[J]. International Journal of Mass Spectrometry, 393:34-40.
- [16] Moureau, J, Granet, M, Chartier, F, et al. High accuracy measurements of Mo isotopes by MC-ICPMS with in situ Mo/Zr separation using  $\text{N}_2\text{O}$  in a collision reaction cell[J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 23(11):1538.
- [17] 苏媛娜,田世洪,李真真,等. MC-ICP-MS 高精度测定 Li 同位素分析方法[J]. 地学前缘(02):308-318.
- [18] 何学贤,朱祥坤,李世珍,等. 多接收器等离子体质谱(MC-ICP-MS)测定 Mg 同位素方法研究[J]. 岩石矿物学杂志, 2008, 27(5):441-448.
- [19] Tipper E T, Louvat P, Capmas F, et al. Accuracy of stable Mg and Ca isotope data obtained by MC-ICP-MS using the standard addition method[J]. Chemical Geology, 2008, 257(1-2):0-75.
- [20] Pallavicini, Nicola, Engstrm, Emma, Baxter, Douglas C, et al. Cadmium isotope ratio measurements in environmental matrices by MC-ICP-MS[J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 29(9):1570.
- [21] Finnigan Neptune Hardware Manual [M], Thermo Fisher Scientific Inc., 2003 Revision A
- [22] Hu Z C, Liu Y S, Gao S, et al. Improved in situ Hf isotope ratio analysis of zircon using newly designed X skimmer cone and jet sample cone in combination with the addition of nitrogen by laser ablation multiple collector ICP-MS[J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2012, 27(9): 1391-1399.
- [23] 达道安. 真空设计手册[M]. 国防工业出版社, 2004.
- [24] 骆定祚. 机械真空泵的维修[J]. 真空, 2003(1):57-59.
- [25] 丁军平,刘学博,王怀玲,等. 爱德华真空泵的维修与改进[J]. 质谱学报, 2004, 25(3):189-192.
- [26] 张以忱. 机械真空泵[J]. 真空, 1995(4):42-46.
- [27] Nier A O. The development of a high resolution mass spectrometer: A reminiscence[J]. Journal of the American Society for Mass Spectrometry, 1991, 2(6):447-52.
- [28] 李金英等译. ICP-MS 实践指南[M]. 北京:原子能出版社, 2006.12.

## The daily maintenance of the multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometer

LI Guo-zhan<sup>1,3</sup>, HAO Shuang<sup>1,2,3</sup>, WANG Jia-song<sup>1,2,3</sup>, LIU Wen-gang<sup>1,3</sup>, TU Jia-run<sup>1,3</sup>,  
CUI Yu-rong<sup>1,3</sup>, XIAO Zhi-bin<sup>1,3</sup>, ZHOU Hong-ying<sup>1,2,3</sup>, LI Hui-min<sup>1,3</sup>

(1. Tianjin Center, China Geological Survey, Tianjin 300170, China;

2. Key Laboratory of Muddy Coast Geo-Environment, China Geological Survey, Tianjin 300170, China;

3. North China Center for Geoscience Innovation Precambrian Research Centre, China Geological Survey, Tianjin 300170, China)

**Abstract:** The wide application of the multi-collector inductively coupled plasma mass spectrometer(MC-ICP-MS) provides a solid foundation in the field of scientific research. However, due to the aging of instrument components and the less of daily maintenance, many instruments have been working in bad state, with high failure rates and even on the verge of paralysis. It is difficult to guarantee the reliability of the isotope data. Therefore, it is necessary to master the working principle and characteristics of each component of MC-ICP-MS, maintain daily, and ensure the normal operation of instruments. It is necessary to obtain high-precision isotope data. In addition, some common faults are analyzed in detail and some repairing solutions are proposed.

**Key words:** MC-ICP-MS; Mass spectrometer maintenance; Mass spectrometer malfunctions

## Primary study on oxidation-reduction potential of sandstone-type uranium deposit by measuring potential difference

WANG Na<sup>1,2</sup>, WANG Jia-song<sup>1,2\*</sup>, ZENG Jiang-ping<sup>1,2</sup>, WANG li-qiang<sup>1,2</sup>,  
WU liang-ying<sup>1,2</sup>, WEI Shuang<sup>1,2</sup>

(1. Tianjin Center of Geological Survey, China Geological Survey, Tianjin 300170, China;

2. Key Laboratory of Uranium Geology, China Geological Survey, Tianjin 300170, China)

**Abstracts:** The potential difference ( $\Delta E_h$ ) of rocks controls the geochemical behavior of valence elements, which is of great significance for revealing the formation mechanism of ore deposits and prospecting for deposits. In this paper, potassium dichromate was used as oxidant to determine the oxidation-reduction potential of sandstone-type uranium deposits by potential drop method. Some parameters influencing the Eh determination of sandstone-type uranium deposits, including equilibrium potential time, oxidant concentration and acidity, solid-liquid ratio of rock sample and oxidant solution and sample soaking time were optimized. The results indicated that the Eh determination effect was best when the 2 g sandstone-type uranium ore sample was immersed in 50 mL 0.10 mol/L 1/6 potassium dichromate solution (the medium was 10% sulfuric acid) for 2 h, and the electrode of redox potential instrument was balanced in the solution for 20 min. The Eh of three sandstone-type uranium samples was determined according to the optimum experimental conditions, and the redox environment of the minerals was judged, which was consistent with the oxidation coefficient method.

**Key words:** potential difference; oxidation-reduction potential; sandstone-type uranium deposit; oxidant