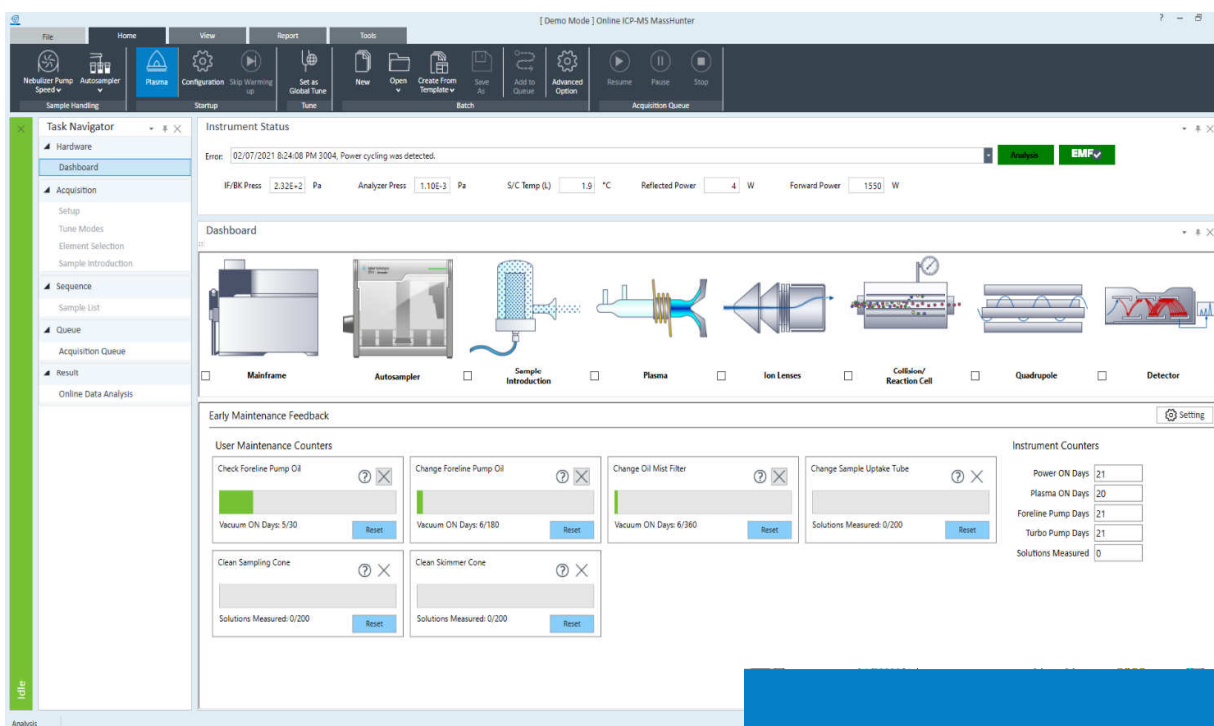


คู่มือการใช้งานอย่างง่าย **Software Operation**

AGILENT 8900/8800/7900/7850/7700 series ICP-MS (ICP-MS Masshunter 5.X)



Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry



Agilent

MassHunter 5.1

For 7900 ICP-MS Top

G7201D / Version D.01.01 / Build 653.5



Alaska – ICP-MS Triple Quad



สารบัญ

คู่มือการใช้งานอย่างง่าย

หน้า

สรุปขั้นตอนการเริ่มใช้งาน เริ่มต้น-จบการทำงาน	3
การเตรียมอุปกรณ์ก่อนเริ่มทำการปฏิบัติการ	5
การเปิดเครื่อง ICP-MS	6
การเตรียม Hardware configuration ก่อนเริ่มเก็บข้อมูล	12
การควบคุม Autosampler	18
การเตรียม Hardware เริ่มเปิด-ปิด ระบบสุญญากาศ Vacuum และ การจุด Plasma	21
การเตรียม Hardware การทำ Purge reaction gas	22
การตรวจสอบสถานะของเครื่องมือ (Instrument Status)	24
การเตรียม Hardware การจุด Plasma	25
การจูนเครื่องก่อนใช้งานรุ่น 7900 7800 และ 7700	27
Performance Report	32
หลักการทำให้ Customized Tune	37
ตารางสรุป OQ spec ของเครื่องแต่ละรุ่นเปรียบเทียบกัน	38
การทำ P/A หรือ Pulse to Analog Factor Tuning	39
การสร้าง Batch file โดยใช้ Preset Method	41
การแก้ไข Method	42
Acquisition: Element selection แบบ Full Quantitative	49
การทำ Semi-Quantitative Analysis	53
การเก็บข้อมูลการวิเคราะห์ Execute queue	56
การจัดการข้อมูล Data Analysis Check Analysis Results	58
การเรียกแฟ้มข้อมูล และการประมวลผลแบบ Semi Quantitative Analysis	63
การรายงานผลการทดสอบ Generate Reports	69

ภาคผนวก

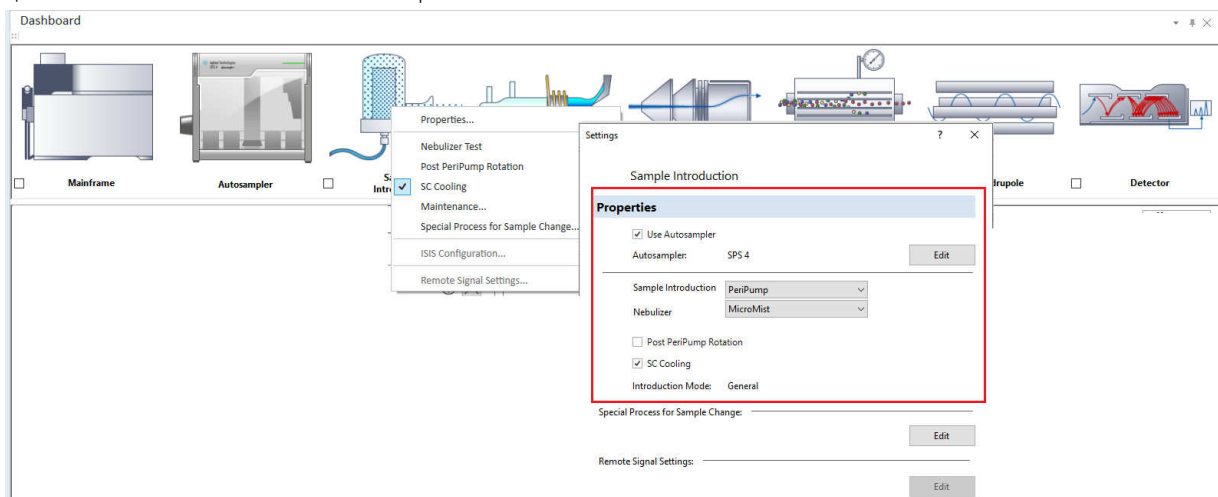
การใช้ On-line Internal standard (ISTD)	75
หลักการทำให้ Customized tune สำหรับรุ่น 7700x และ 7800	76
ตารางแสดง Specification สำหรับ ICP-MS 7700x และ 7800/7850	80
ตารางแสดง Specification สำหรับ ICP-MS 7700s	81
ตารางแสดง Specification สำหรับ ICP-MS 7900x	82
แผนการตรวจสอบและการบำรุงรักษาเชิงป้องกันแบบหลัก ICP-MS	85
Instrument Control View และ Periodic Table	88

สรุปขั้นตอนการเริ่มใช้งาน เริ่มต้น-จบการทำงาน

1. Start Masshunter Workstation เปิดโปรแกรม ICPMS Instrument control บนหน้า desktop



2. Check Hardware Setting (ถ้ามี) กรณีที่มีการแก้ไข อุปกรณ์ประกอบต่างๆ ได้แก่ ชนิดของ Nebulizer, lens... หรือ อุปกรณ์ภายนอก sample introduction อื่นๆ ได้แก่ autosampler, ISIS3, HPLC, GC, Laser ablation เป็นต้น



3. Prepare for Analysis ตรวจสอบอุปกรณ์ประกอบต่างๆ ว่าพร้อมใช้งานหรือไม่

เปิด Argon, He, H₂ ระบบน้ำหล่อเย็น Cooling, Hood, autosampler, ถัง waste, สารละลายมาตรฐาน, สารละลายที่ใช้ล้าง, internal standard, tuning solution (ทุกอย่างเปลี่ยนหรือเตรียมใหม่) และอยู่ในตำแหน่งที่พร้อมใช้งาน

4. Turn Plasma on/Execute Startup ติดตั้งสาย peristaltic pump ของสายดูดตัวอย่าง internal standard และสาย drain ตรวจสอบสภาพถ้าไม่ดีให้เปลี่ยน พร้อมปรับแรงกด (ถ้าจำเป็น)

จุด plasma เครื่องจะทำการ warm up ประมาณ 20 นาที แล้วทำการปรับจูนระบบ ที่เรียกว่าการทำ start up

5. Check Instrument status ตรวจสอบการทำงานของเครื่อง โดยการตรวจสอบ Performance report เทียบกับเกณฑ์การยอมรับต่างๆ ที่ใช้อย่างอิง

6. Create Batch สร้าง batch file ใหม่

หรือ load method เดิมที่ใช้งาน save batch as เป็นชื่อใหม่ ก่อนทำการแก้ไข sample list แล้วกด save อีกครั้ง

7. Execute queue กด Add to queue เพื่อเริ่มทำการรัน batch เพื่อทำการปรับตั้งค่า tune parameter ของ mode ต่างๆ, generate report, แล้วทำการวิเคราะห์ค่าในตัวอย่างเป็นตัวอย่าง เริ่มทำการเก็บข้อมูล

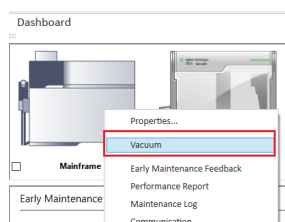
8. Check Analysis Results ตรวจสอบหรือปรับแก้ standard curve หรือตัวแปรต่างๆ โดยการแก้ไข DA method บนหน้า Online Data Analysis

9. Generate Reports ทำการ print out หรือ export batch data ไป excel sheet

10. Save Analysis Results ทำการบันทึก data file อยู่ในรูปแบบการแสดงผลแบบต่างๆ

11. Turn Plasma OFF ล้างระบบด้วยกรด-น้ำ เป็นเวลาอย่างน้อย 15 นาที ก่อนดับ plasma ปลายต่างๆและเปิด สวิตช์ อุปกรณ์ต่างๆที่ไม่เกี่ยวข้อง ได้แก่ สาย peristaltic tubing, ปิด autosampler, ปิด chiller, Gas วาล์วต่างๆ

12. Vacuum off ปิดระบบ Vacuum ก่อน และปิดสวิตช์เครื่องเมื่อ รวมถึงอุปกรณ์ต่อพ่วงทั้งหมด



13. Exit Masshunter Workstation ปิดโปรแกรม และคอมพิวเตอร์

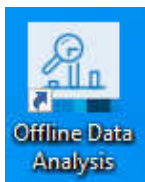
คู่มือการใช้งานอย่างง่าย

Agilent ICP-MS Masshunter 5.X (G7201D rev.D.xx.xx)

ส่วนประกอบของ ICPMS Masshunter 5.1 (G7201D) เป็นชุดโปรแกรมที่ใช้ควบคุม ICPMS ทุกรุ่น ได้แก่ 8900, 7900, 7800, 8800, 7700 โดย ประกอบด้วยชุดคำสั่งต่างๆ ดังนี้ (version ล่าสุด คือ D.01.01 Patch 1)
บนหน้า desktop ของ windows ขึ้นมาจะพบ icon ของโปรแกรม ICPMS Masshunter ดังนี้



เป็นโปรแกรมหลักที่ใช้สำหรับควบคุม hardware ทั้งหมด ได้แก่ คำสั่ง เปิด ปิดเครื่อง การ tuning เครื่อง ICPMS การตั้งสร้าง method การเก็บข้อมูล



ใช้สำหรับการประมวลผล เมื่อทำการเก็บข้อมูลเรียบร้อยแล้ว ฟังก์ชัน ของ offline data analysis ได้แก่ การทำ calibration curve การคำนวณผลการทดลองอื่นๆ ทั้งแบบ qualitative และ Semi-qualitative การออก report แบบต่างๆ การ import/export ข้อมูล

1. การเตรียมอุปกรณ์ก่อนเริ่มทำการปฏิบัติการ

1. เปิดระบบไฟฟ้า และอุปกรณ์ไฟฟ้าต่างๆ ได้แก่

- Main CUT OUT, 63 Amp
- UPS 10 KVA ระบบสำรองไฟฟ้าและปรับแรงดันไฟฟ้า (220 VAC)
- Exhaust Hood ท่อดูดอากาศ (5-6m³/min)
- Recirculate, Chiller ระบบน้ำหล่อเย็น Flow rate > 1.2 L/min)

ตั้งค่าที่ 20 องศาเซลเซียส, สำหรับ Chiller

2. เปิดระบบแก๊สที่ใช้กับเครื่อง ICP-MS ได้แก่ (ตาม option ที่มี)

- แก๊สอาร์กอน ความบริสุทธิ์สูง (HP) > 99.995% จาก ท่อขนาด 7-10 m³ หรือ ถึงอาร์กอนเหลว ขนาด 120 m³ (Outlet 7 bars, 20L/min)
- แก๊สไฮโดรเจน ความบริสุทธิ์สูงมาก (UHP) > 99.9995% (standard) หรือ เกรด 5.5 ขึ้นไป
- แก๊สไนโตรเจน ความบริสุทธิ์สูงมาก (UHP) > 99.9995% หรือ เกรด 5.5 ขึ้นไป (สำหรับ 7900, 7800, 7700 ถ้ามี)
- แก๊สออกซิเจน ความบริสุทธิ์สูงมาก (UHP) > 99.9995% หรือ เกรด 5.5 ขึ้นไป (เฉพาะ 8900, 8800 เท่านั้น)

- แก๊สผสม 10% แอมโมเนียในฮีเลียม (เฉพาะ 8900, 8800 เท่านั้น)
- แก๊สผสม 20% ออกซิเจนในอาร์กอน (เมื่อมีอุปกรณ์ทดสอบตัวอย่างที่ใช้ตัวทำละลาย hydrocarbon)

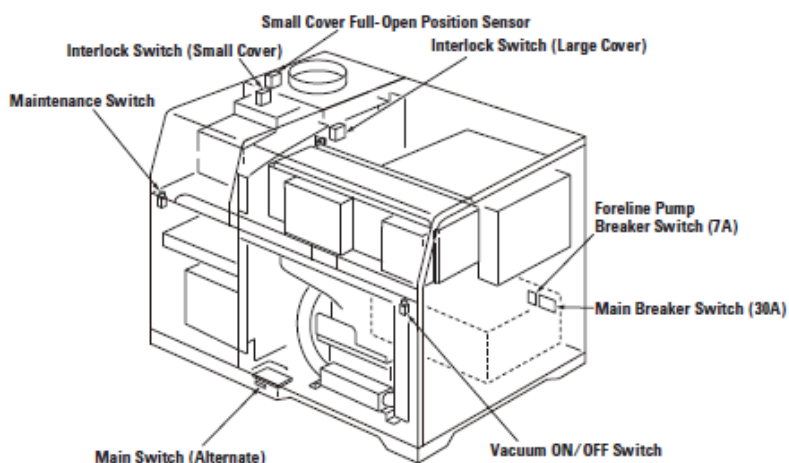
3. เตรียมสารเคมีที่เกี่ยวข้อง

- น้ำสะอาด (Deionize water, 18.2 Mohm) สำหรับล้าง
- กรดไนตริก 2-5% หรือ สารละลายผสมของ Nitric Acid 2-5% + Hydrochloric 0.5-2% สำหรับล้าง
- สารละลาย Tuning Solution ของ Li, Ce, Y, Co, Tl สำหรับ ICP-MS
ความเข้มข้น 1 ppb (Part no. 5185-5959) สำหรับการจูนทั่วไป
ความเข้มข้น 10 ppb (Part no. 5184-3566) สำหรับการจูน UHMI และ HMI
- สารละลาย P/A factor tuning solution
- สารละลายมาตรฐาน calibration standard ในระดับความเข้มข้นต่างๆ
- สารละลาย mix internal standard ความเข้มข้น 20-50 ppb ที่เตรียมจาก stock
- สารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ

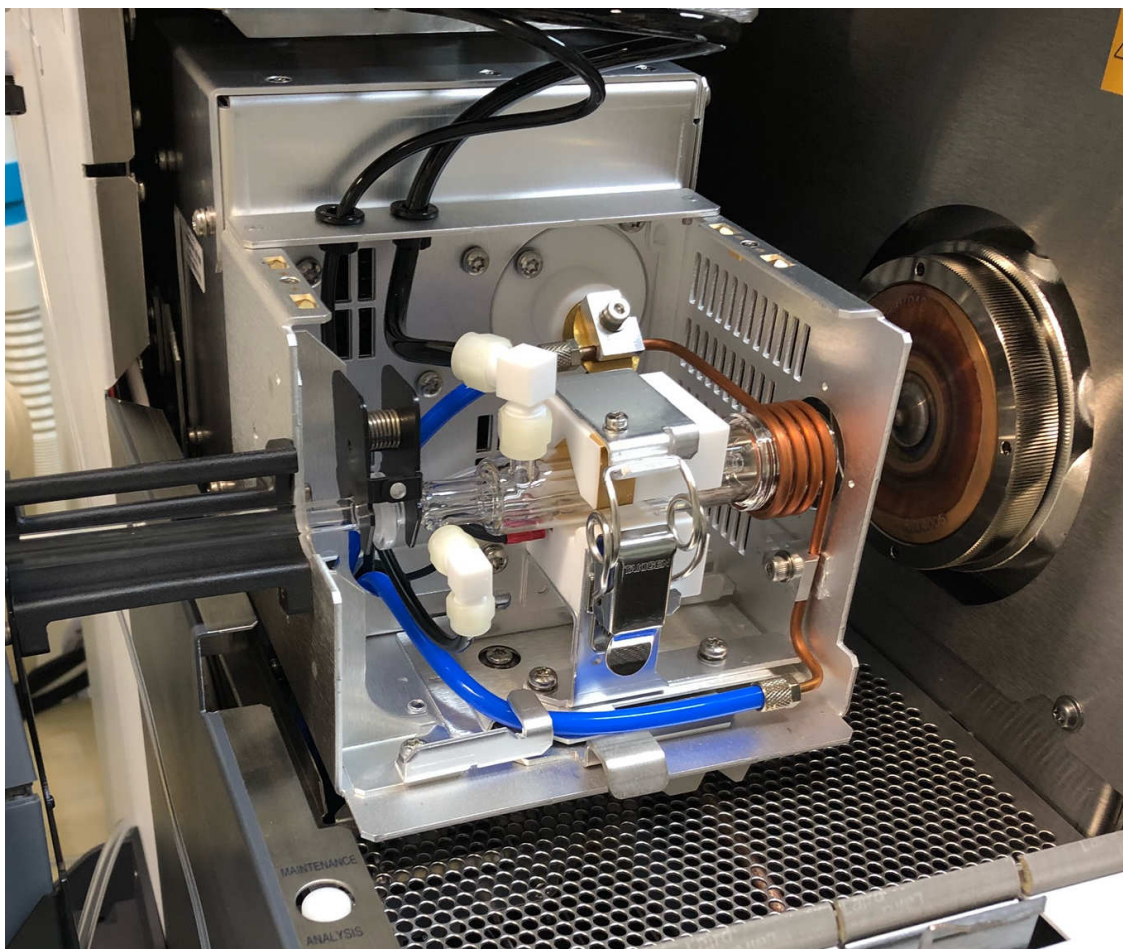
2. การเปิดเครื่อง ICP-MS

- เปิดสวิตช์เครื่องคอมพิวเตอร์, จอภาพ, เครื่องพิมพ์ และ LAN Switching Hub
(กรณีที่มีอุปกรณ์ต่อพ่วงอื่นๆ ได้แก่เครื่อง HPLC รุ่น Agilent 1100/1200, เครื่อง GC รุ่น 7890A/B)
User name: Admin
Password: 3000hanover
- เปิดสวิตช์เครื่อง ICP-MS มีสองตำแหน่ง Main Breaker Switch (ด้านหลัง) และ Main Switch Alternate (ที่ฐานด้านหน้า)

Switch Location

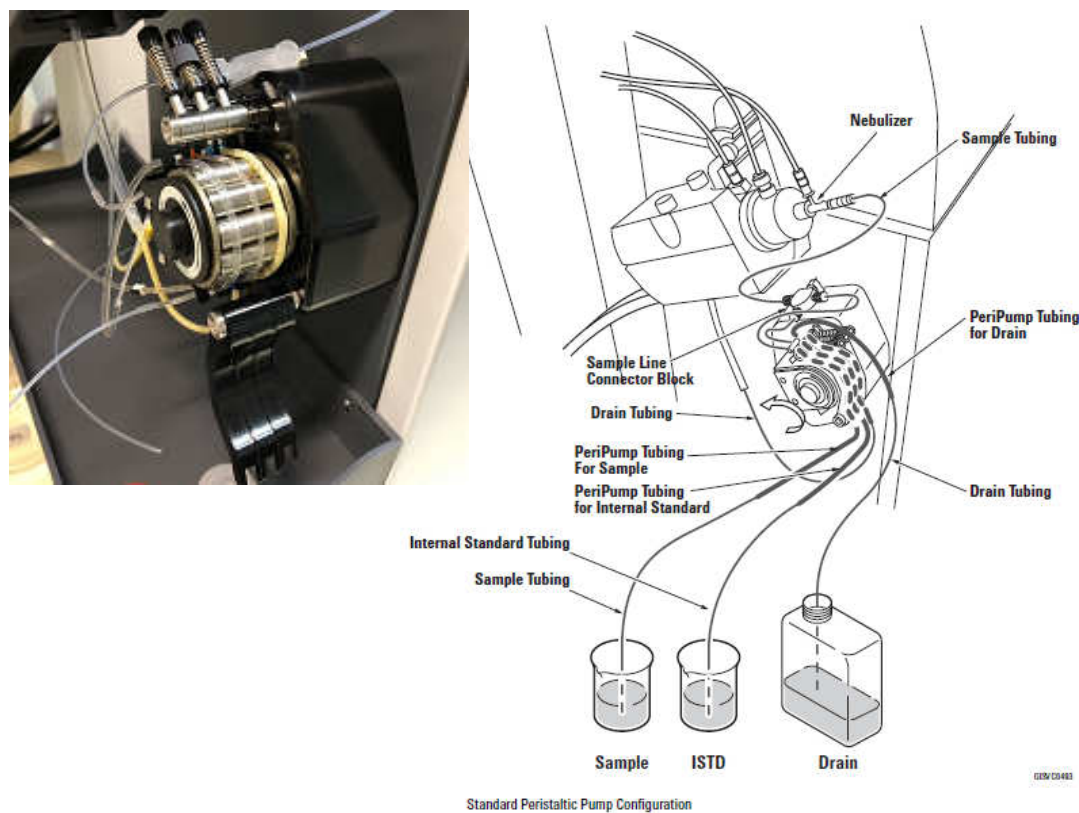


- เปิดสวิตช์ระบบระบายอากาศ (Hood) ให้เปิดตลอดเวลาเมื่อเปิดเครื่อง ICP-MS ไว้ เพื่อระบายความร้อนและความชื้นภายในออกไป
- เปิด ระบบน้ำหล่อเย็น Water Recirculate หรือ Polyscience Chiller ให้เปิดเมื่อจุด Plasma เท่านั้น
- ตรวจสอบและติดตั้ง Peristaltic pump tube (ท่อส่งสารตัวอย่าง ท่อส่งสารมาตรฐาน internal standard และ ท่อน้ำทิ้ง)
- Spray chamber, Nebulizer ชนิดต่างๆ ได้แก่ แบบ Mira-mist, Micro-mist, Concentric, PFA Micro flow ดังรูปที่ 1 และ Torch ดังรูปที่ 2

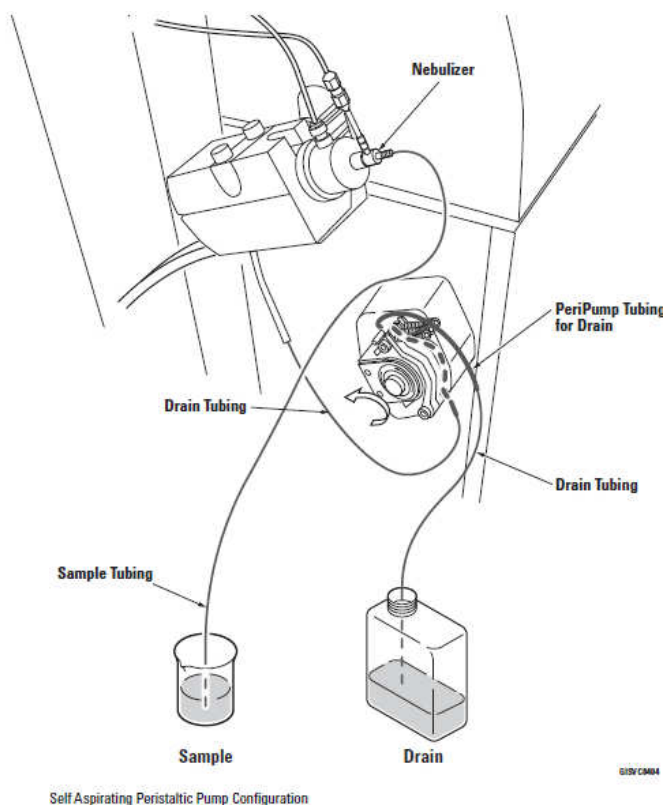


รูปที่ 1 แสดงการติดตั้ง Sample introduction system ได้แก่ Nebulizer, Spray chamber และ Peristaltic tubing ต่างๆ

1.1 ติดตั้งแบบ standard ใช้กับ Nebulizer แบบ high solid ทัวไป ได้แก่ Mira-mist, Micro mist



1.2 ติดตั้งแบบ Seft aspiration ใช้กับ Nebulizer แบบ low solid ทัวไป ได้แก่ PFA micro flow, concentric, Micro mist



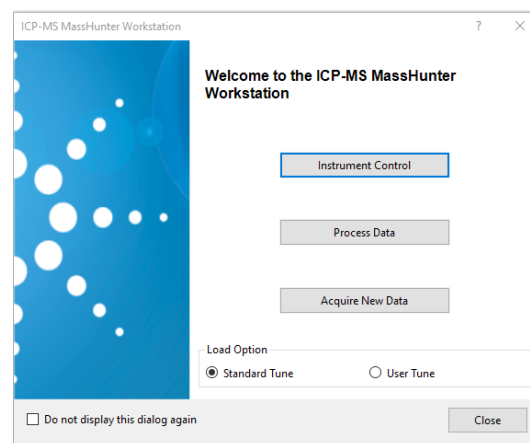
- ✓ รอไฟแสดง status สีแดงดับ (แสดงว่าระบบการเชื่อมต่อปกติ โดยสัญญาณระบบ LAN ต้องกะพริบ)
จะเตือน **error #3004 power failure occur** ทุกครั้งที่มีการกดปุ่มเครื่องใหม่ เป็นเรื่องปกติ
- ✓ เข้า Software ควบคุม ICP-MS โดย Double click ที่รูป ICP-MS Instrument Control หรือจาก Start, All Programs, ICP-MS Masshunter Workstation เลือก ICP-MS Instrument Control เครื่องอยู่ในสถานะ [SHUTDOWN] ไฟแสดง status ดับ



เมื่อ โปรแกรม ICP-MS Instrument Control เปิดจะพบหน้า Welcome screen สามารถเลือก

- Instrument Control เพื่อเข้าโปรแกรมควบคุมเครื่อง ICP-MS ปรับแต่งเครื่อง และวัดข้อมูล โดยสามารถเลือก load option เพื่อทำการ tune check เครื่องแบบ standard หรือ แบบกำหนดเอง (user tune)

การเลือกใช้งานของ Standard และ User tune จะอธิบายอย่างละเอียดในภายหลัง

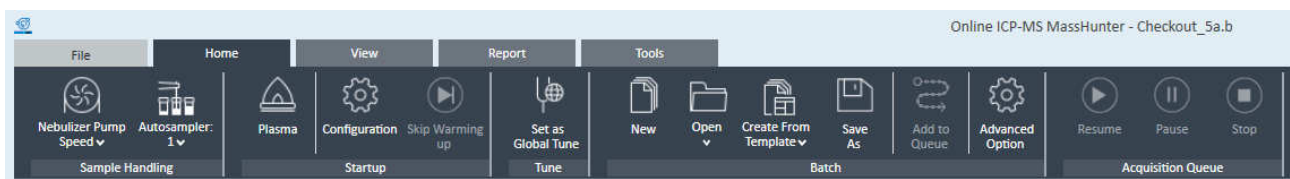


- Process Data เพื่อ Link ไปหน้าทำการประมวลผล
- Acquire Data เพื่อ Link ไปหน้าทำการวัดตัวอย่าง

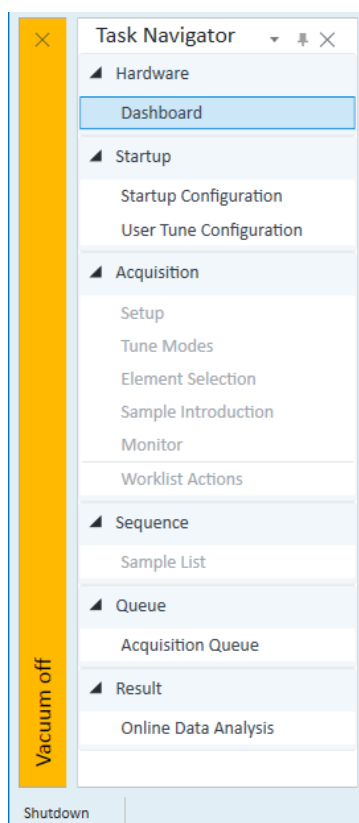
โดยทั่วไปให้เลือก Instrument Control เพื่อเข้าสู่หน้าโปรแกรมหลัก ดังรูปที่ 3

จะสามารถเข้าถึงฟังก์ชันต่างๆ โดยการเปิดหน้าต่าง โดยใช้ Task Navigator และ Menu Ribbon ไปพร้อมๆ กัน

MENU RIBBON ประกอบด้วยกลุ่มคำสั่งต่างๆ



TASK NAVIGATOR Navigator Buttons เพื่อเปิดไปยัง หน้าต่างๆ



- Hardware/Dashboard
 - เปิด และปิด Vacuum
 - ปรับเปลี่ยน รูปแบบการใช้งานของ Hardware และ tune system parameters ฟังก์ชันต่างๆ ที่ใช้งานพิเศษที่ละเอียดอย่าง
 - การควบคุมการทำงานของระบบต่างๆ โดยการกำหนดเอง แบบ manual
- Startup
 - Startup configuration กำหนดการทำ Startup เพื่อทำการ tune ระบบ hardware ได้แก่ torch axis, EM voltages, P/A factor, Resolution/Axis, Plasma correction, Lens voltage tune , Generate Performance report, Full scan
 - User Tune configuration เพื่อเปลี่ยนระบบการ tune ตามต้องการ เป็นแบบอัตโนมัติ หรือ Customized (User Tune)
- Acquisition การเก็บข้อมูลเพื่อปิด สร้าง batch file ที่ใช้เก็บข้อมูล สร้าง method, sequence เพื่อเก็บข้อมูล สร้างรูปแบบในการประมวลผลไว้ล่วงหน้า
 - Setup
 - Tune mode
 - Element selection
 - Sample introduction
- Sequence การแก้ไข sample list
- Queue เริ่มเก็บข้อมูล ตามคิวที่ใส่ไว้ ที่ละคำสั่ง หรือ ที่ละ batch
- Result การทำ Data Analysis ปิดหน้าต่างการประมวลผล แบบ online หรือ แบบ offline
- Report เพื่อ generate tune report, พิมพ์ รายละเอียด method, Acq parameter, peri program, tune

[Demo Mode] Online ICP-MS MassHunter - 7900_FQ_QSScan_Demo.b

File

Home

View

Report

Tools

Nebulizer Pump Speed

Autosampler

Plasma

Sample Handling

Configuration

Skip Warning Up

Set as Global Tune

Tune

Batch

Create From Template

Open

New

Save As

Add to Queue

Advanced Option

Resume

Pause

Stop

Task Navigator

Hardware

DashBoard

Acquisition

Setup

Tune Modes

Element Selection

Sample Introduction

Sequence

Sample List

Queue

Result

Instrument Status

Error: 02/07/2021 8:55:24 PM 3004, Power cycling was detected.

Analysis

EMIF

IP/BK Press 2.32E+2 Pa

Analyzer Press 1.10E-3 Pa

S/C Temp (L) 2.1 °C

Reflected Power 4 W

Forward Power 1550 W

Acquisition Queue

DashBoard

Mainframe

Autosampler

Sample Introduction

Plasma

Ion Lenses

Collision/Reaction Cell

Quadrupole

Detector

Early Maintenance Feedback

User Maintenance Counters

Instrument Counters

Check Foreline Pump Oil

Vacuum ON Days: 5/30

Clean Sampling Cone

Solutions Measured: 0/200

Change Foreline Pump Oil

Vacuum ON Days: 6/180

Clean Skimmer Cone

Solutions Measured: 0/200

Change Oil Mist Filter

Vacuum ON Days: 6/360

Change Sample Uptake Tube

Solutions Measured: 0/200

Power ON Days 21

Plasma ON Days 20

Foreline Pump Days 21

Turbo Pump Days 21

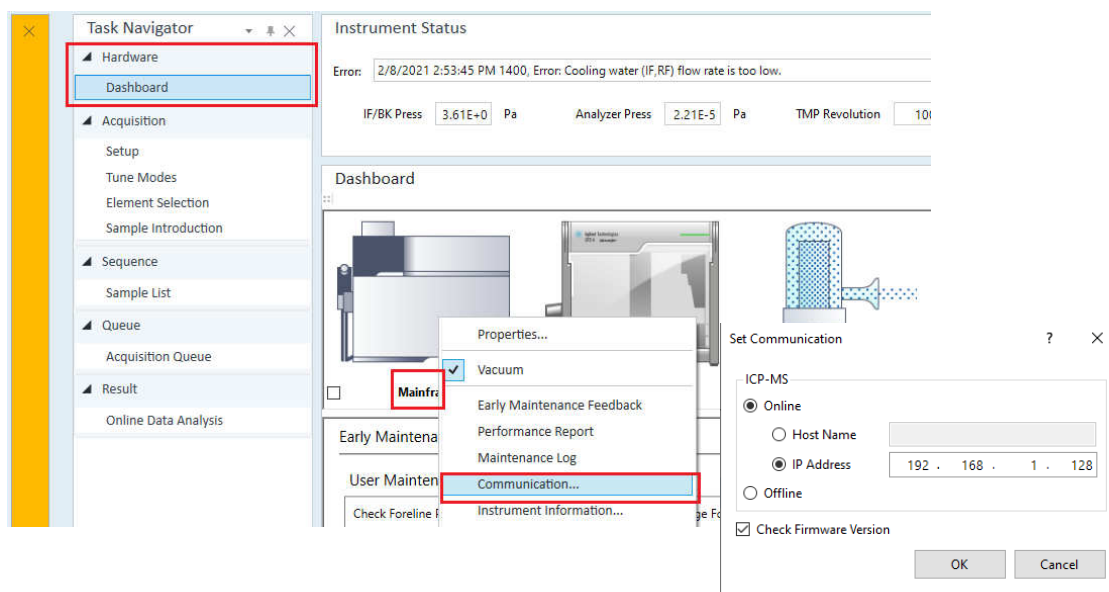
Solutions Measured 0

02/07/2021 8:55:24 PM 3004, Power cycling was detected

4. การเตรียม Hardware configuration ก่อนเริ่มเก็บข้อมูล

การเชื่อมต่ออุปกรณ์ ICPMS กับ ICPMS Masshunter software: Connected/Disconnected instrument
สามารถเชื่อมต่อ และการตัดการเชื่อมต่อเมื่อระบบพบปัญหา Offline ในการ communicate ระหว่างการทำงาน สามารถ
ทำให้กลับมา online เชื่อมต่ออีกครั้ง

จะพบลักษณะดังรูปด้านล่าง ทำการตรวจสอบระบบ hardware ให้ตรงกับหน้าที่จะใช้งาน คือ
เลือกที่รูป Mainframe เลือก Communication

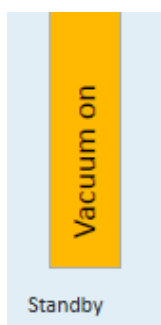


- การกำหนด สถานะโปรแกรม แบบ online/offline และ กำหนดค่า IP address
IP address: กรณีที่ software เชื่อมต่อกับระบบ ICP-MS Online, หรือ ตัดการเชื่อมต่อกับระบบ ICP-MS Offline
โดย เลือก mainframe, เลือก communication
เลือก Online IP Address: 192.168.1.128, กด OK

Software สามารถควบคุมเครื่อง ICP-MS ได้แล้ว สัญลักษณ์ Hardware จะเปลี่ยน จาก

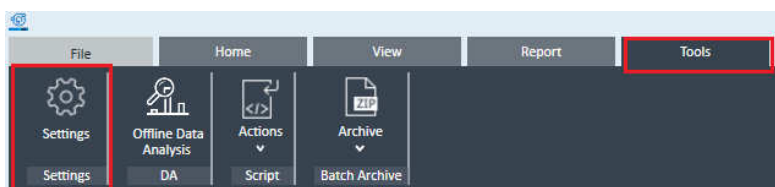


Instrument status: Offline

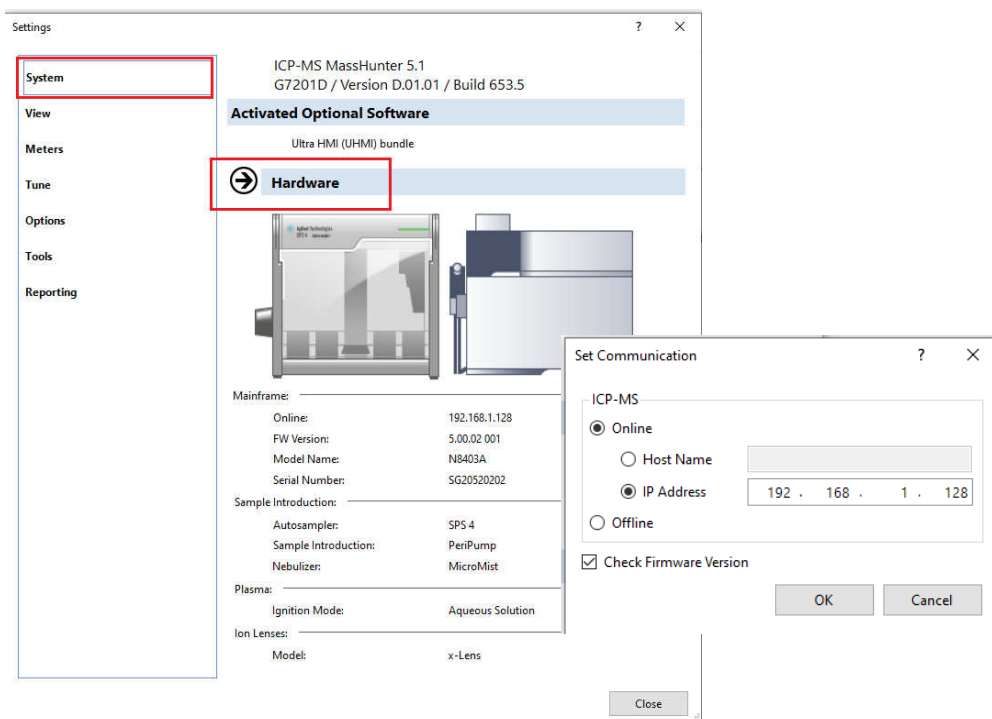


Instrument status: Online (Shutdown/Standby/Analysis)

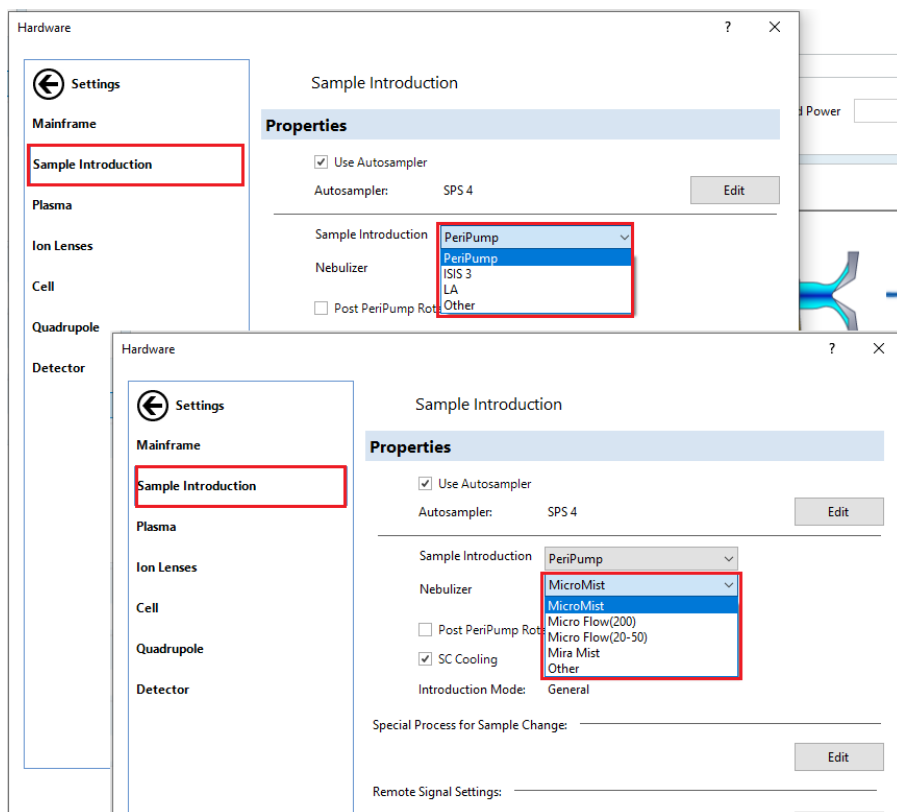
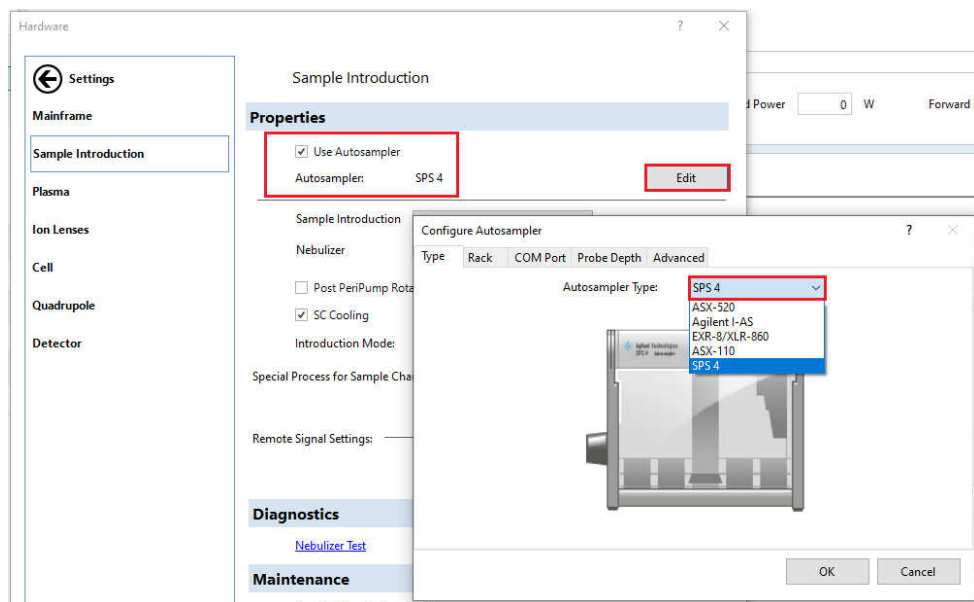
Setup Hardware Setting



เลือกปุ่ม Tools, เลือก Setting ต่างๆ



- Sample Introduction: เลือก Sample introduction, เลือก Properties เพื่อ setting
- เลือกใช้ Autosampler
- ไม่เลือก เมื่อต้องการวัดแบบ manual (unused ALS)
- เลือก model autosampler ที่มีการเชื่อมต่อจริงๆ คือ SPS4, I-AS, ASX-520
- เลือก Tray ที่ใช้งานซึ่งจะแตกต่างกันไปตามรุ่น

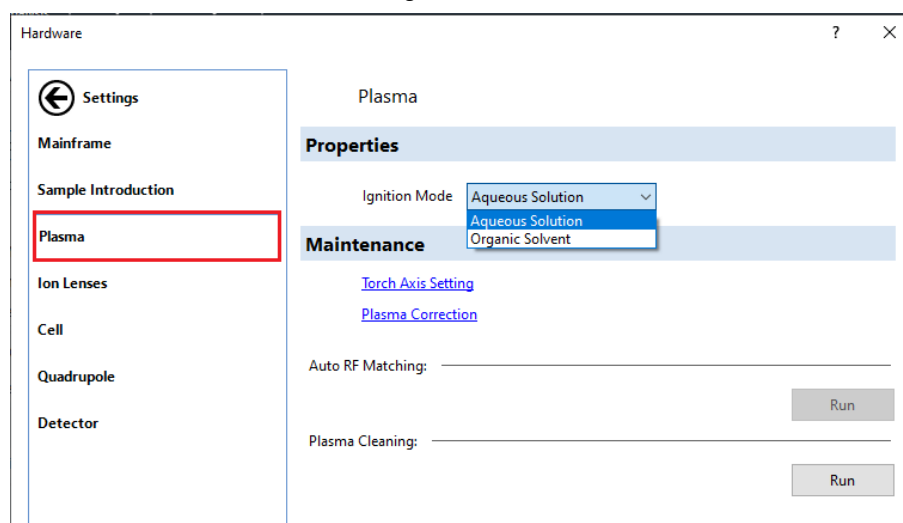


- Sample Introduction: การเชื่อมต่อ
 PeriPump, ISIS3: เมื่อใช้งาน stand alone
 Agilent 1200 LC หรือ GC7890: เมื่อต้องการวิเคราะห์ speciation ด้วย LC-ICPMS หรือ GC-ICPMS
 LA: เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างแบบของแข็งด้วย Laser Ablation หรือ LA-ICPMS
- Nebulizer: เลือกชนิด Nebulizer ที่ติดตั้ง ได้แก่ Mira Mist, Micro Mist, Microflow...
- Nebulizer Test ทดสอบการอุดตัน หรือการเสียหาย
 ด้วยการวัด
- Maintenances ใช้เปิดปิด Nebulizer gas, peristaltic pump
- เลือกใช้ เปิด/ปิด ระบบ Spray chamber cooling

- Plasma: เลือก Aqueous เมื่อใช้

Torch Axis Setting: ปรับตำแหน่ง plasma/torch injector ให้อยู่กึ่งกลางของ sampling cone เพื่อให้ได้ sensitivity สูงสุด

Plasma Correction: ปรับ profile ของ plasma เพื่อหาตำแหน่ง sample depth ที่ได้ค่า %Oxide ต่ำที่สุด สำคัญเมื่อใช้การ tune โดยใช้ HMI mode (ใช้ dilution gas)

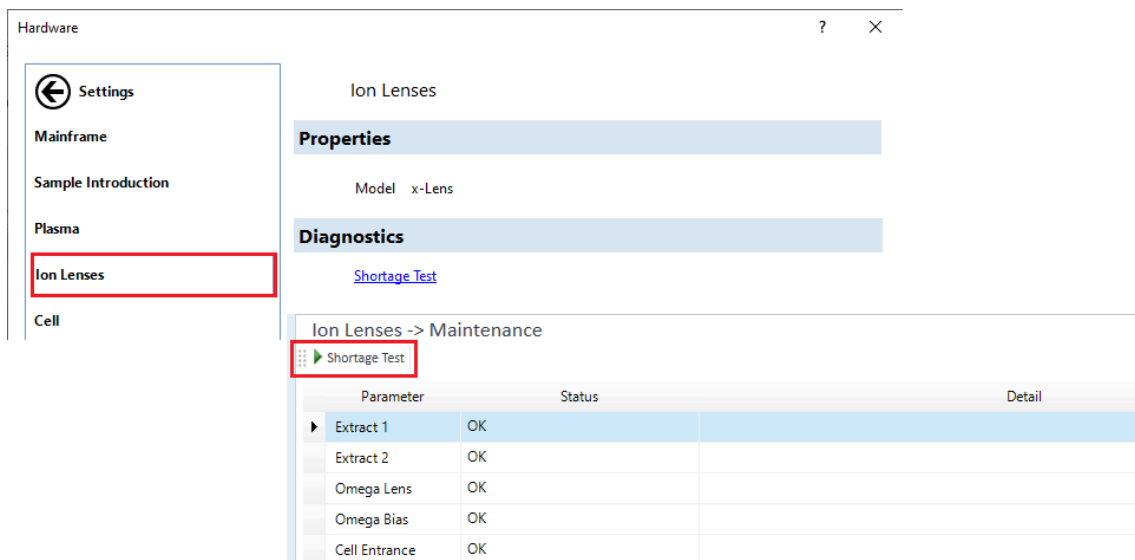


หมายเหตุ ต้อง tune แบบ standard tune เท่านั้น user tune ใช้ไม่ได้

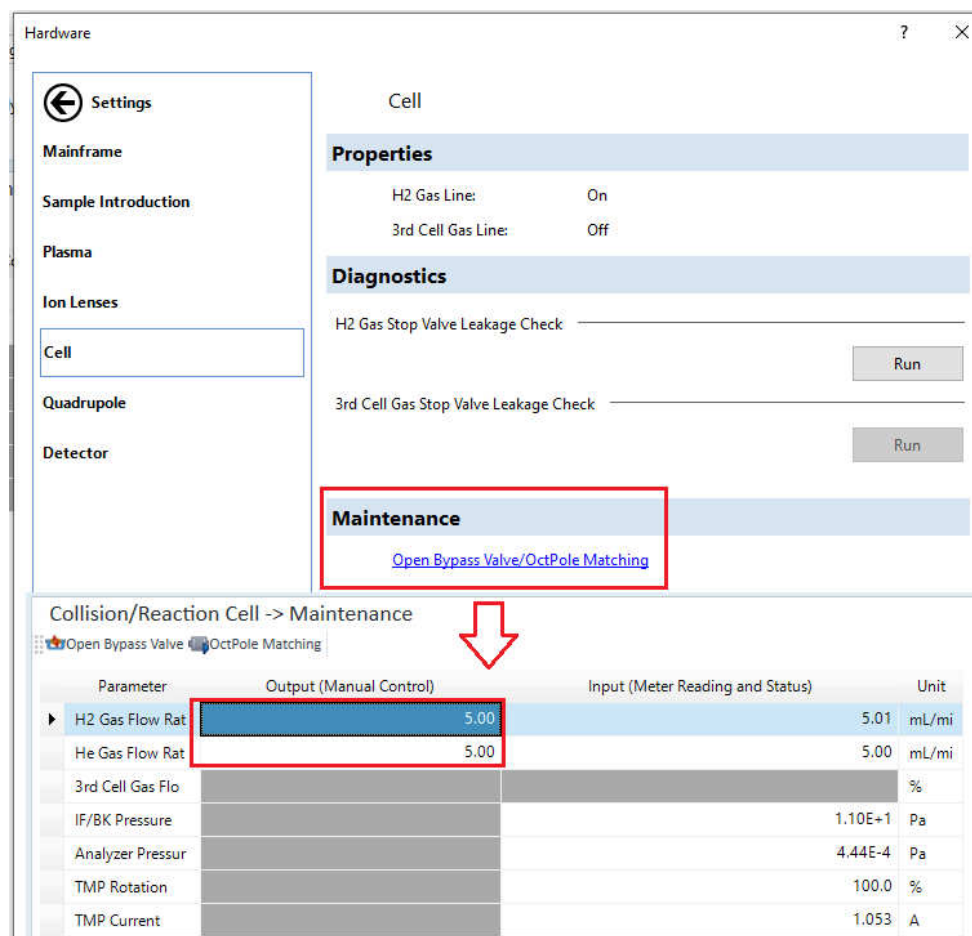
การเปลี่ยนการ setup ระหว่าง Autotune กับ User tune ให้เลือก Set as global tune ถ้าต้องการใช้ User tune (Customized tune)

- Ion Lenses: เลือก x-lens (general purpose), S-lens (high purity)

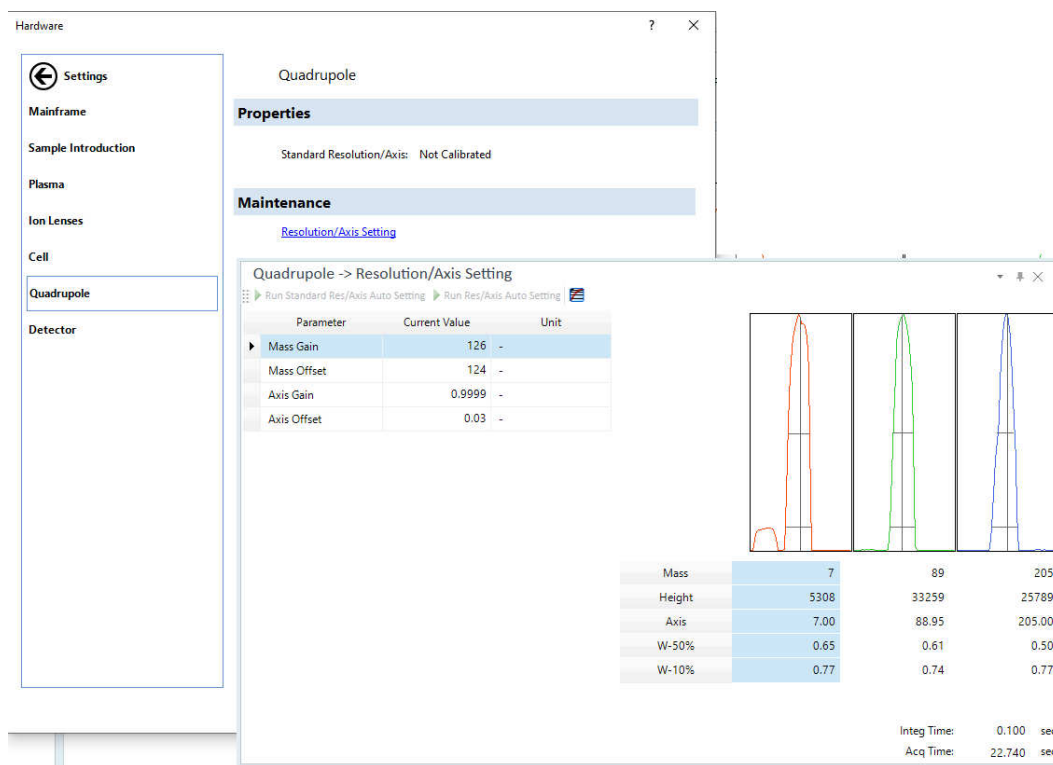
Maintenance: ตรวจสอบการ short ของระบบ lens เมื่อทำการล้างและถอดประกอบ



- Collision cell Maintenance: ปรับตรวจสอบการ short ของ ระบบOctopole เมื่อทำการล้างและถอดประกอบ Purge gas line: He, (H₂, O₂, Ammonia ถ้ามี)



- Quadrupole การตรวจสอบ resolution/axis

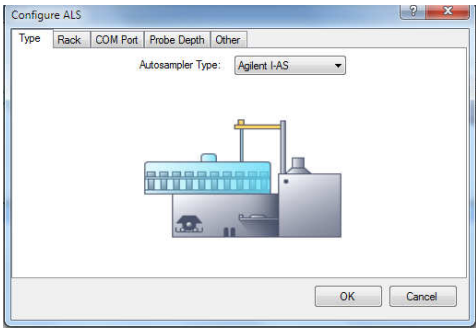
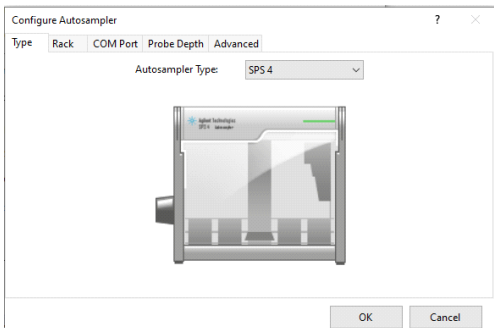
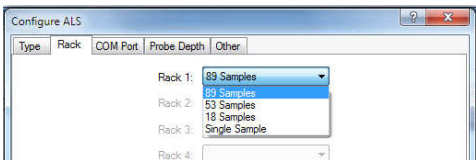
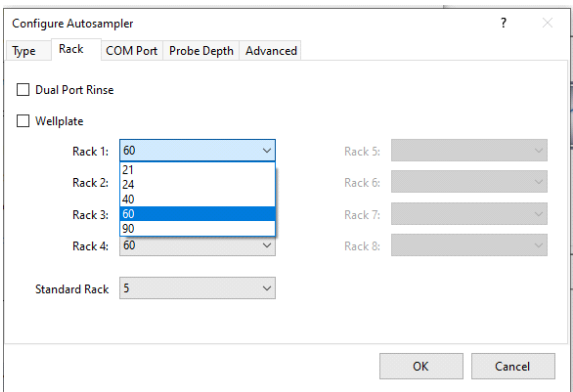
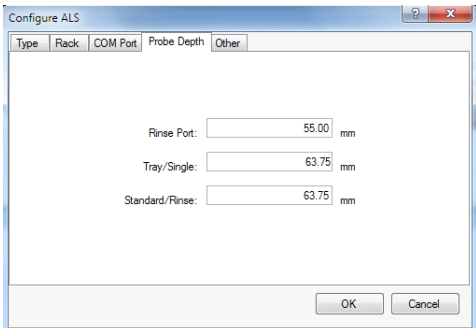
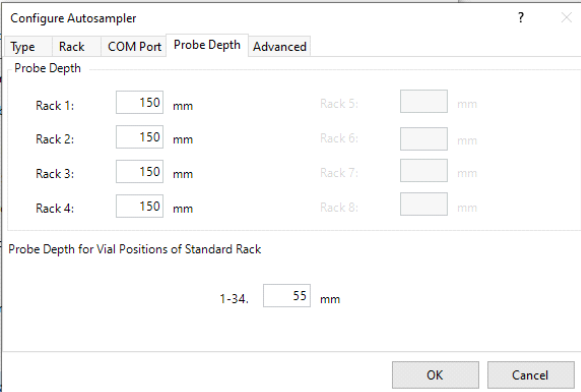


- Detector:

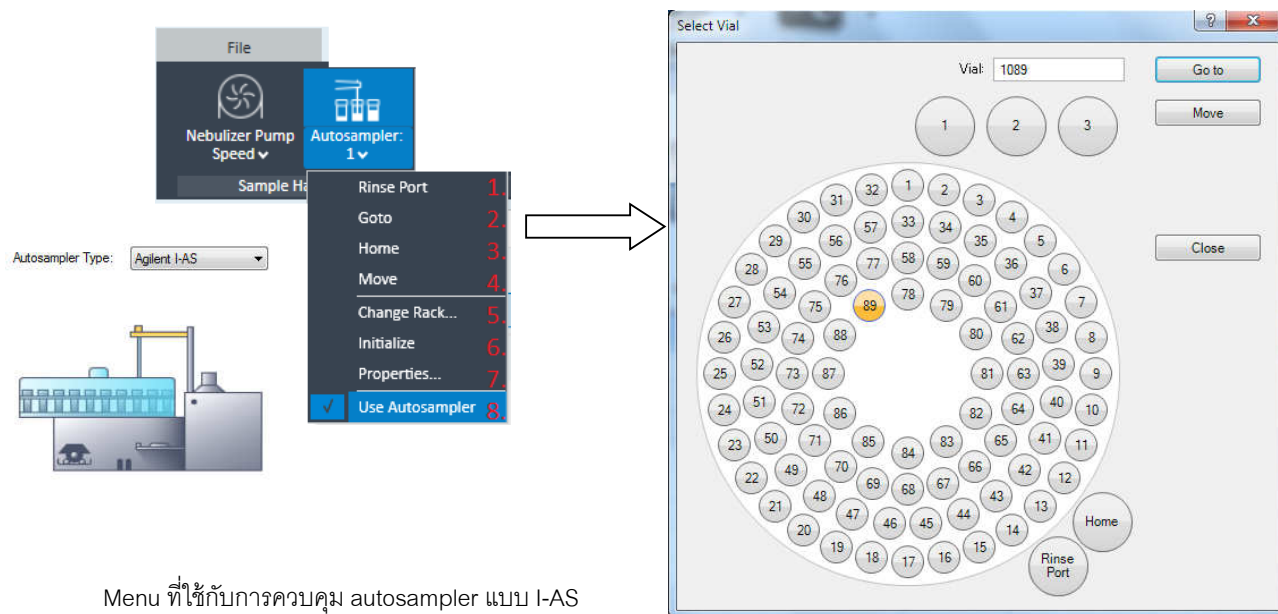
- P/A Factor setting เพื่อ tune P/A factor ของ detector เพื่อต่อความเป็น linear ของช่วง pulse และ analog
 - EM voltage tuning เพื่อปรับ voltage ของ detector ให้มีการตอบสนองที่ดี
- เลือก EM setting, กดปุ่ม Run EM auto setting โปรแกรมจะทำการปรับค่า EM voltage เก็บค่าสุดท้าย

5. การควบคุม Autosampler แบบ I-AS

- เลือกชนิด Autosampler

I-AS autosampler	SPS4 autosampler
1. Type: ชนิดของ autosampler 	SPS4 autosampler 
2. Rack: เลือกชนิดตามจำนวนช่องใส่ตัวอย่างรวม: 89, 53, 18, single 	Rack: มี rack 4 อัน เลือกชนิดตามจำนวนช่องใส่ตัวอย่างรวม 21, 24, 40, 60, 90  Standard rack: 5 position สำหรับขวด 250mL, Standard rack 32 position สำหรับวาง standard solution Probe rinse port: 1 port และแบบ Dual rinse 2 ports
3. Probe Depth: ปรับความลึกของเข็ม ที่ตำแหน่ง Rinse port, Tray, Rinse vial 	
4. Other: Special function, Escape mode ระบบ ลดการปนเปื้อนจากฝุ่นละออง เมื่อปิดฝา	Advanced: เพื่อปรับความเร็วการเคลื่อนที่ของแขนกลไป ทิศทางต่างๆ ความเร็วการยกเข็มขึ้นลง รอบของปั๊มสารเข้า rinse port

Autosampler แบบ I-AS ประกอบด้วย rinse port, rinse vial ขนาดใหญ่ #1, #2, #3, sample vial สามารถใส่จำนวนได้
จำนวนมากที่สุด 89 หลอด และ peristaltic pump สำหรับดูด Rinse solution ปกติเป็นน้ำ DI



Menu ที่ใช้กับการควบคุม autosampler แบบ I-AS

รูป 1. Rinse เชื่อมลงไปด้วยใน Port rinse, pump ทำงานตลอดเวลา

รูป 2. Goto เลื่อนและจุ่มไปยัง ตำแหน่งที่กำหนด

รูป 3. Home เชื่อมยกเหนือ rinse port

รูป 4. Move เชื่อมขึ้นไปยัง ตำแหน่งที่กำหนด (ไม่มีการจุ่ม)

รูป 5 เปลี่ยนขนาดแร็คเป็นแบบอื่นๆ

รูป 6 Initial เมื่อตำแหน่งเชื่อมติดไป

รูป 7 ทำการตั้งค่า

รูป 8.เปิดหรือปิด การใช้งาน autosample (Use ALS)

Select Vial โดยใช้รหัส #10XX โดย XX คือ ตำแหน่งของหลอด เช่น #1001, #1002,..., #1089

หมายเหตุ Vial ใหญ่ #1: จะบรรจุ DI water

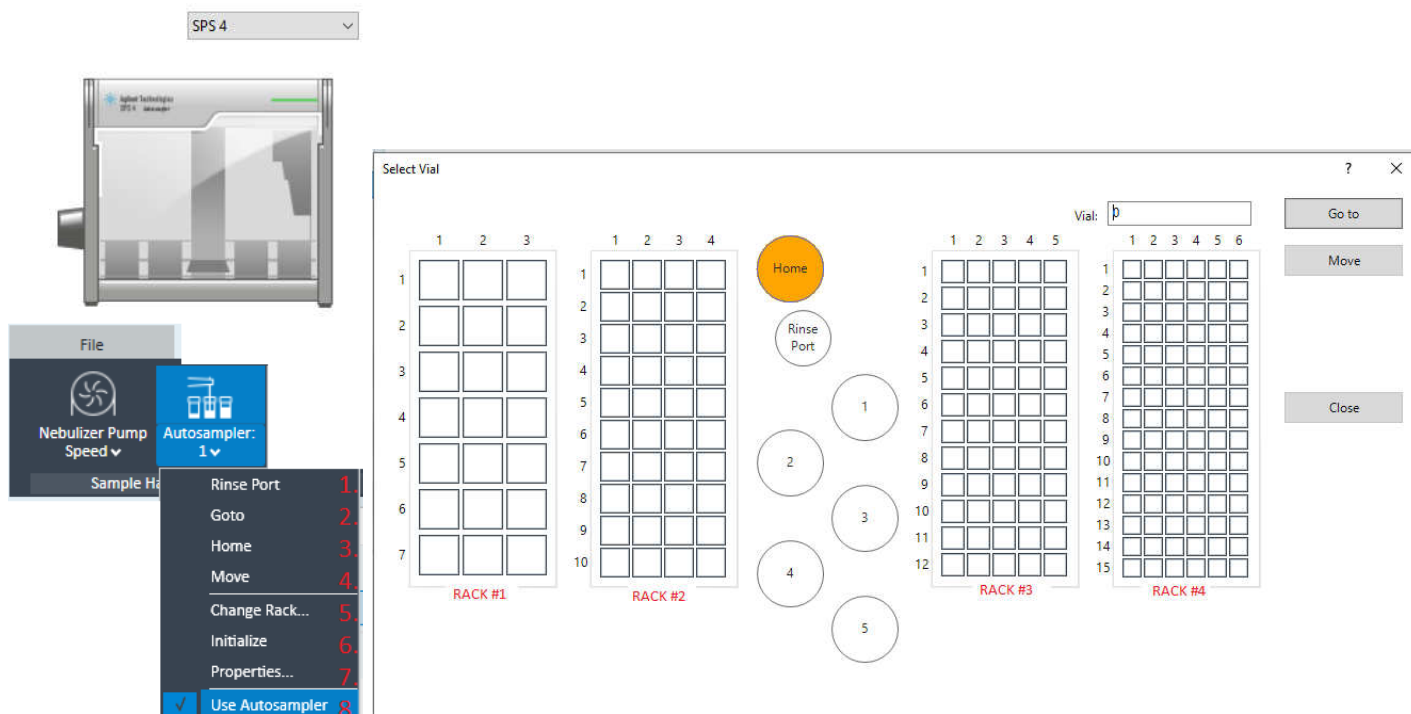
Vial ใหญ่ #2: จะบรรจุ Tune solution หรือ rinse solution อื่นๆ

Vial ใหญ่ #3: จะบรรจุ Rinse solution เช่น 5% Nitric acid, 5% Nitric acid/1% HCl

6. การควบคุม Autosampler แบบ SPS4

Autosampler ประกอบด้วย

1. rinse port พร้อม peristaltic pump สำหรับดูด Rinse solution ปกติเป็นน้ำ DI
2. rinse vial ขนาดใหญ่ #1, #2, #3, #4, #5
3. Sample vial สามารถใส่ได้ 4 rack แต่ละ rack สามารถเลือกชนิดโดยอิสระ คือ 21, 24, 40, 60, 90 หลอด



Menu ที่ใช้กับการควบคุม autosampler แบบ ASX-520

รูป 1. Rinse เริ่มลงปาล้างใน Port rinse, pump ทำงานตลอดเวลา

รูป 2. Goto เลื่อนและจุ่มไปยัง ตำแหน่งที่กำหนด

รูป 3. Home เข้มยกเหนือ rinse port

รูป 4. Move เข้มขึ้นไปยัง ตำแหน่งที่กำหนด (ไม่มีการจุ่ม)

รูป 5 เปลี่ยนขนาดแร็คเป็นแบบอื่นๆ

รูป 6 Initial เมื่อตำแหน่งเข้มนิดไป

รูป 7 ทำการตั้งค่า

รูป 8.เปิดหรือปิด การใช้งาน autosample (Use ALS)

Select Vial โดยใช้รหัส #XXXX

ตำแหน่ง 1: # Rack เช่น 1XXX, 2XXX, 3XXX, 4XXX

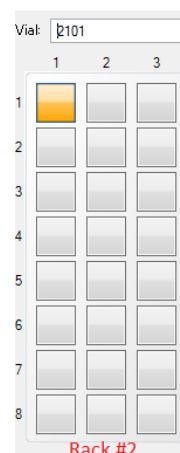
ตำแหน่ง 2: Row/แถว แนวขวาง เช่น X1XX

ตำแหน่ง 3-4: Column แนวลง เช่น XX01

หมายเหตุ Vial ใหญ่ #1: จะบรรจุ DI water

Vial ใหญ่ #2: จะบรรจุ Tune solution หรือ rinse solution อื่นๆ

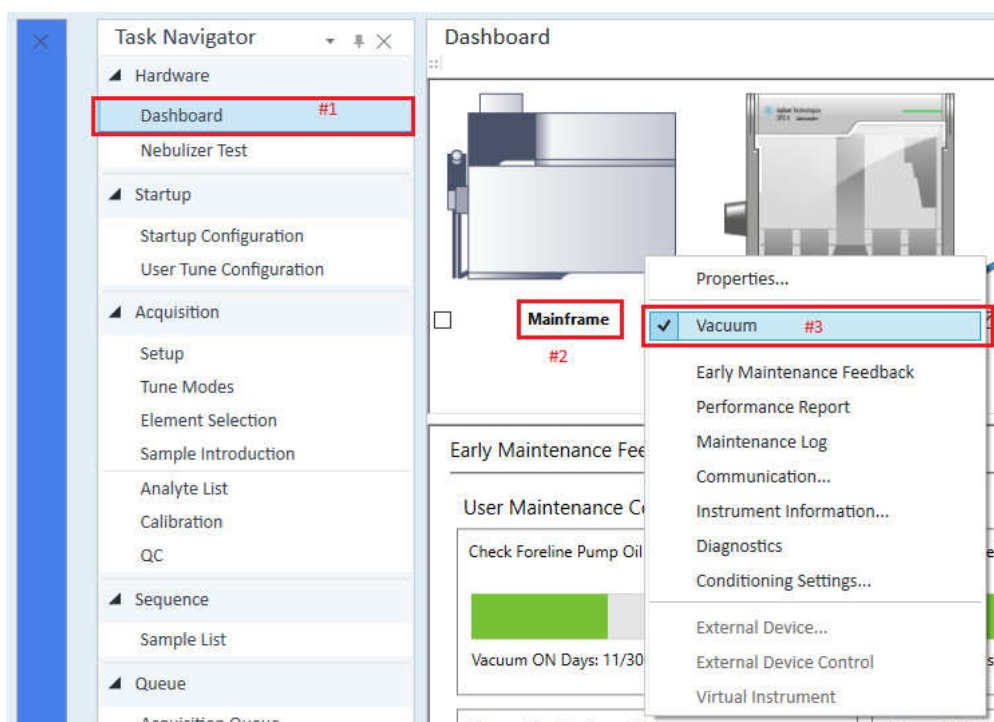
Vial ใหญ่ #3: จะบรรจุ Rinse solution เช่น 5% Nitric acid, 5% Nitric acid/1% HCl



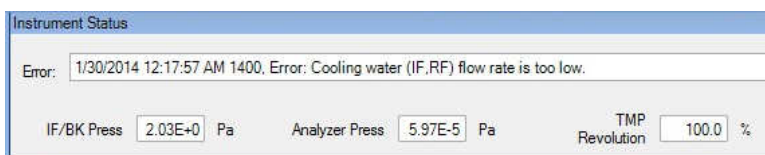
7. การเตรียม Hardware เริ่มเปิด-ปิด ระบบสุญญากาศ Vacuum และ การจุด Plasma

การเปิดระบบ Vacuum (Vacuum ON)

- ✓ สั่งให้ระบบสุญญากาศทำงาน (Vacuum on) โดยเข้าไปที่หน้า Hardware
- ✓ เลือก #1 Dashboard, #2 Mainframe, #3 Vacuum on ระบบสุญญากาศจะเริ่มทำงานเป็นตามขั้นตอน โดยไฟ status บนเครื่อง ICPMS จะสลับกระพริบ [SHUT DOWN >> STANDBY] เมื่อระบบพร้อมใช้งานเมื่อเปลี่ยนเป็น [STANDBY] ไฟสีส้มติดค้าง



- ✓ ตรวจสอบระบบสุญญากาศ โดยการดู meter ต่างๆที่ Instrument status panel
 - IF/BK Press: ระดับสุญญากาศที่ Foreline pump หรือ Mechanical pump (ทั่วไป < 10 Pa)
 - Analyzer Press: ระดับสุญญากาศที่ Analyzer chamber (เปลี่ยนเป็น standby mode เมื่อน้อยกว่า 5×10^{-4} Pa)
 - TMP Revolution: รอบการทำงานของ Turbo molecular pump (%) ระหว่าง standby และ analysis mode เท่ากับ 100% เสมอ ถ้าไม่ถึงในเวลาที่กำหนดระบบจะตัดการทำงานอัตโนมัติ เนื่องจากระบบรั่วหรือผิดปกติ



ระบบสุญญากาศเริ่มทำงาน (ไฟแสดงสถานะสีส้มกระพริบ) รอจนระบบสุญญากาศอยู่ในค่าที่กำหนด ใช้เวลา 30 นาที ถึง 1 ชั่วโมง โดยไฟแสดงสถานะสีส้มหยุดกระพริบเครื่องอยู่ในสถานะ [STANDBY] เมื่อ Analyzer press < 5×10^4 Pa โดยปกติควรเปิดระบบสุญญากาศไว้จน Analyzer press ลดลงจนถึงจุดต่ำสุด (< 10^5 PA) โดยใช้เวลานานหนึ่งคืน หรือครึ่งวัน

การปิดระบบ Vacuum (vacuum OFF)

- กดปุ่ม Plasma Off และกดปุ่ม Yes เพื่อยืนยัน
- เปิด Plasma รอ status ของเครื่องเปลี่ยนจาก [ANALYSIS >> STANDBY]
- สั่งให้ระบบสุญญากาศทำงาน (Vacuum OFF) โดยเข้าหน้า Hardware, Vacuum OFF
- ระบบจะค่อยๆ ลดรอบของ Mechanical pump ตัดการทำงาน, Turbo pump ลดรอบลง < 3% ไฟสีส้มที่กระพริบดับลง สถานะเปลี่ยนไปเป็น [SHUT DOWN]
- ปิด Breaker switch ไฟหน้า-หลัง ของเครื่อง ICP-MS, และปิดอุปกรณ์ประกอบอื่นๆ

8. การเตรียม Hardware การทำ purge reaction gas

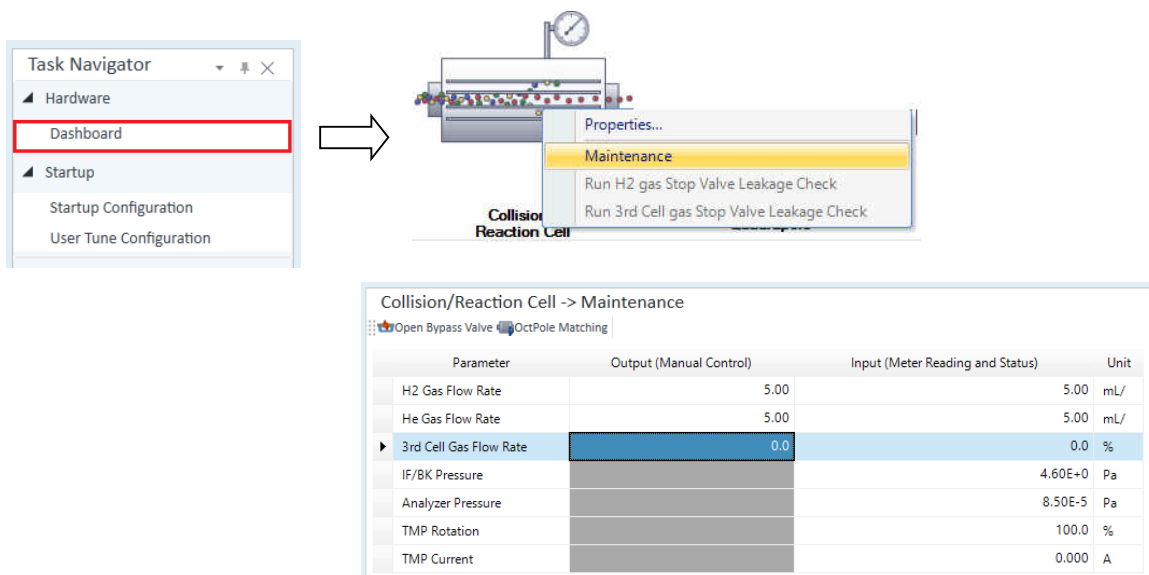
ระบบเครื่อง ICPMS จะมีระบบ Octopole reaction system (ORS) สำหรับกำจัดตัวรบกวนที่เกิดจาก Argon plasma และ Matrix ระหว่างการเผา โดยจะมี Helium gas เป็นระบบมาตรฐาน และมี Hydrogen, Oxygen, และ Mix Ammonia/HE gas เป็น option แก๊สทั้งหมดต้องมีความบริสุทธิ์สูงที่สุด คือ เกรด Ultra High Purity/UHP, purity $\geq 99.9995\%$ เป็นอย่างน้อย

HE และ H₂ จะต้องมีการ clean สารปนเปื้อน ด้วย inline gas filter trap ที่จะกรองโมเลกุลของน้ำ oxygen และ Hydrocarbon ออกไปเมื่อไม่ได้ใช้เป็นเวลานาน ต้องทำการ purge line ก่อนการใช้งานเพื่อให้ได้แก๊สที่มีความบริสุทธิ์ที่สุด ทำให้การทำปฏิกิริยามีประสิทธิภาพสูงที่สุด **ต้องพึงระวังกรณีที่ Gas trap ของ Helium และ Hydrogen ต้องไม่หมดอายุ เพื่อป้องกัน Octopole ไม่ให้ปนเปื้อน ให้เปลี่ยนทันที เมื่อ indicator เปลี่ยนสี**

- เปิดวาล์ว ของ reaction gas ที่ใช้งาน ปรับแรงดันไว้ที่ 1-1.2 bars
- เริ่มทำการ purge reaction line โดยเข้าไปที่ Task Navigator Hardware, Dashboard
- ชี้และเลือกส่วน Collision/Reaction Cell, Maintenance
- จะปรากฏหน้าต่างดังรูป ให้ใส่ gas flow rate 5mL/min พร้อมๆกัน

ให้ทำการ purge ข้ามคืน ในครั้งแรกที่จะเริ่มทำงาน เมื่อไม่ได้ใช้งานเป็นเวลามากกว่า 3 วัน ให้ได้แก๊สที่ค้างท่อให้หมด ให้ทำการตรวจสอบ gas purifier/trap ให้อยู่ในสภาพที่พร้อมใช้งาน ถ้ามีการใช้อย่างต่อเนื่องไม่จำเป็นต้องทำ

- ตั้งให้ระบบได้แก๊ส UHP Hydrogen หรือ UHP Helium ที่ 5.0 mL เข้ามาคืนค้างท่อ พร้อมๆกัน
- Oxygen และ Ammonia ให้ purge ที่ละแก๊ส
- ห้าม purge Hydrogen พร้อมกับ Oxygen ทำให้ระเบิดได้**



The screenshot displays the ICP-MS software interface. On the left, the 'Task Navigator' panel shows 'Dashboard' selected under the 'Hardware' section. An arrow points from this panel to a 3D model of the 'Collision/Reaction Cell'. To the right of the model, a 'Properties...' dialog box is open, showing the 'Maintenance' tab with options to 'Run H2 gas Stop Valve Leakage Check' and 'Run 3rd Cell gas Stop Valve Leakage Check'. Below these elements, the 'Collision/Reaction Cell -> Maintenance' screen is shown, featuring a table of parameters and their values.

Parameter	Output (Manual Control)	Input (Meter Reading and Status)	Unit
H2 Gas Flow Rate	5.00	5.00	mL/
He Gas Flow Rate	5.00	5.00	mL/
3rd Cell Gas Flow Rate	0.0	0.0	%
IF/BK Pressure		4.60E+0	Pa
Analyzer Pressure		8.50E-5	Pa
TMP Rotation		100.0	%
TMP Current		0.000	A

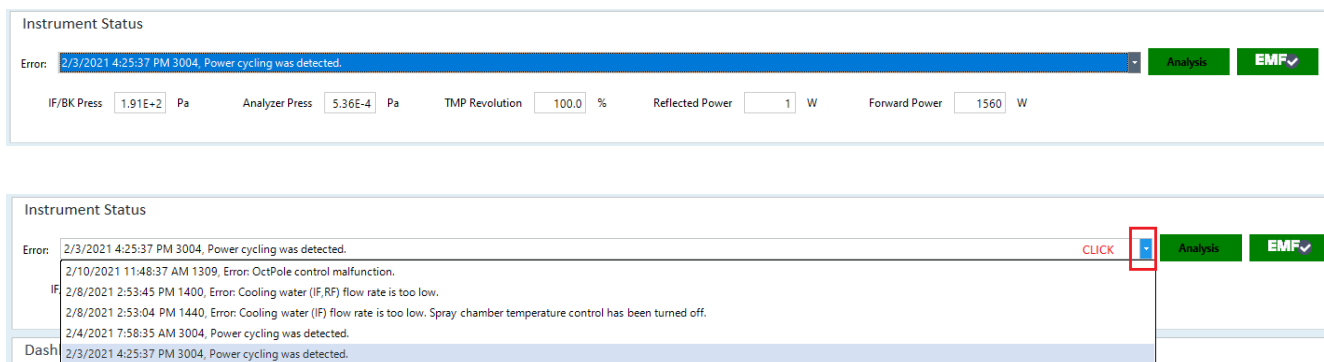
9. การตรวจสอบสถานะของเครื่องมือ (Instrument Status)

Instrument status ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ Error message warning กับ Meter value

ตรวจสอบสถานะของเครื่องมือ ตลอดเวลา เพื่อพบปัญหาจะมีการเตือนออกมาในรูป error number พร้อมปัญหาออกมาใน Message box

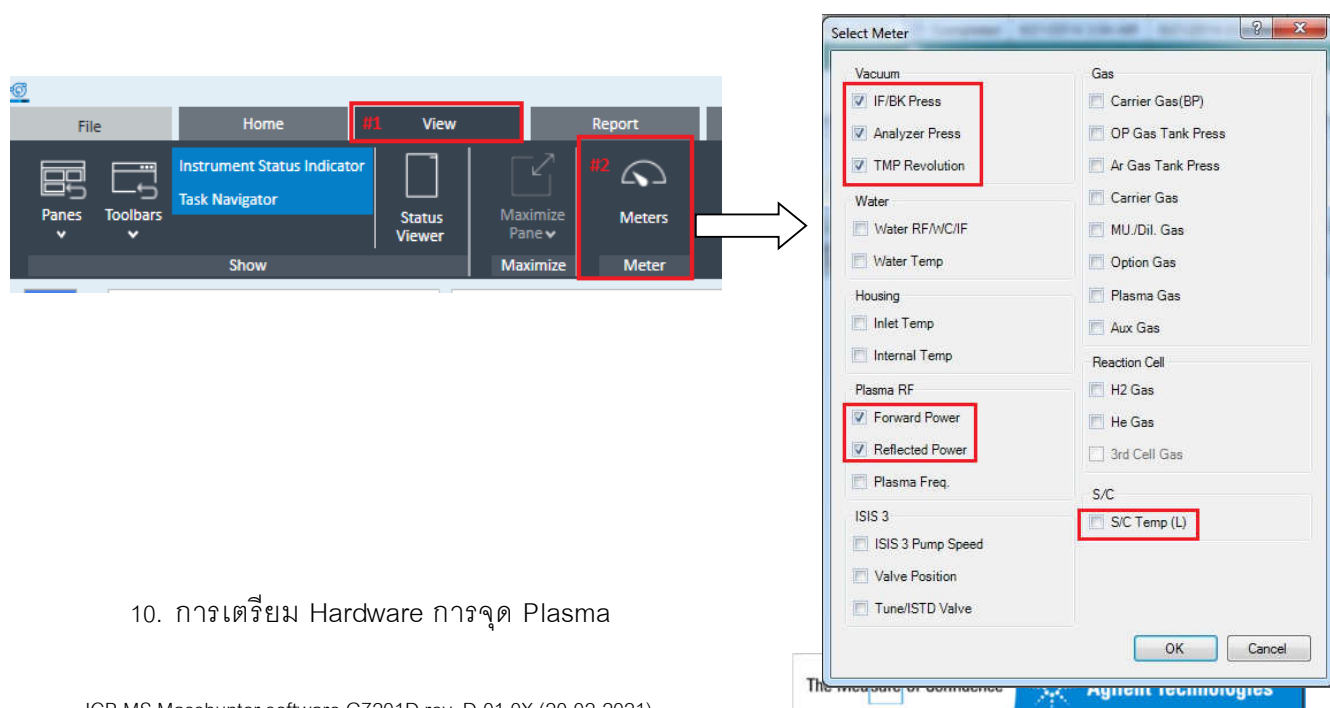
เช่น Error # 1440 Cooling water flow rate is too low

- Error message number ที่จะระบบเลขอ้างอิงว่าพบปัญหาอะไร กับส่วนใด แก้ไขได้จากข้อมูลเพิ่มเติม ด้วยการค้นคำแนะนำจาก Help บนซอฟต์แวร์
- ทำการขยายเพื่อตรวจสอบประวัติ จากการ click drop down ที่ด้านซ้ายมือ



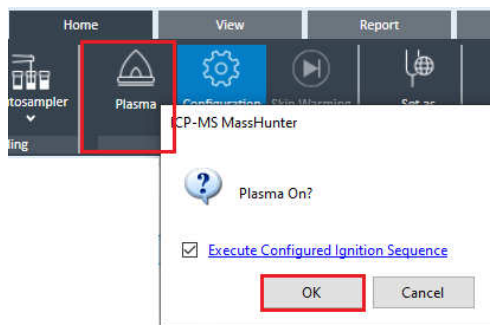
Instrument control Diagram เป็นหน้าต่างแสดงค่าสถานะของเครื่องมือในขณะปัจจุบัน (real time display) ซึ่งทำได้โดย

- เข้า Menu View เลือก Meter จะปรากฏหน้าต่าง ให้เลือก Meter ที่ต้องการแสดง Meter control Panel ซอฟต์แวร์ออกแบบให้สามารถเปิดหน้าต่างตรวจสอบสถานะของเครื่องมือในขณะปัจจุบันได้สูงสุด 5 หน้าต่าง ในขณะใดขณะหนึ่ง
- เลือก 5 สถานะของเครื่องมือที่ต้องการตรวจสอบ เช่น Forward Power, Reflect Power, Analyzer Press, IF/BK Press, TMP Revolution ที่แนะนำให้เปิดไว้ตรวจสอบตลอดเวลา ที่เครื่องเริ่มจุด plasma
- กด OK Instrument Status ก็จะขึ้นหน้าต่างแสดงค่าสถานะที่ต้องการ



10. การเตรียม Hardware การจุด Plasma

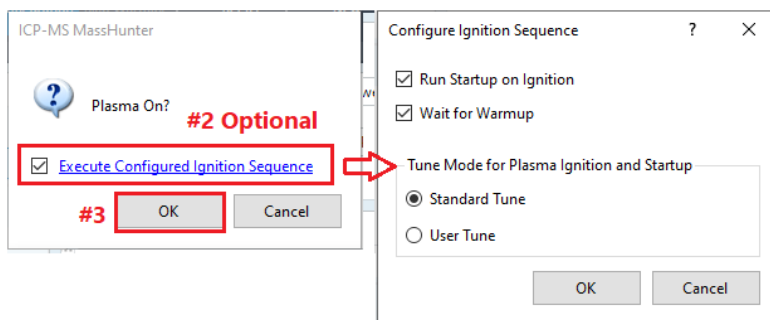
- เปิดแก๊สอาร์กอน HP Argon, purity $\geq 99.995\%$ min
(Argon Tank pressure ที่ 7 bars)
- เปิดระบบทำความเย็น Water Chiller หรือ Water recirculator
- เปิดระบบระบายอากาศ (Exhaust hood)
- ตรวจสอบสาย tubing ต่างๆ ก่อนกด Yes
- เอาท่อน้ำตัวอย่างจุ่มน้ำหรือสั่งให้ autosampler จุ่มน้ำสะอาด



- กด Plasma On ในหน้า Menu จะปรากฏหน้าต่างเล็กให้เลือกที่จะทำ Startup หลังจากจุด Plasma หรือไม่
 - เลือก Yes เครื่องจะจุด Plasma และ warm up เครื่อง 20-30 mins ก่อนทำจูน Hardware Parameters (กรณีที่ต้องการแก้ไข โดยต้องทำการเลือก Ignition Sequence สามารถแก้ไขได้ ก่อนจุด plasma)
 - หรือ Cancel
- การแก้ไข Configured Ignition Sequence

กด ตัวอักษรสีน้ำเงิน ☒ [Execute Configured Ignition Sequence](#)

- ไม่เริ่ม startup tune ในทันที
- ไม่ต้อง warmup plasma หลังจุด หรือไม่
- ใช้ Tune mode: แบบ standard หรือ แบบ user เป็นต้น กรณี เลือก User tune ให้ import tune parameters (reference) ในหน้า Usertune พร้อมกำหนด Set base tune for startup ให้เรียบร้อยก่อน



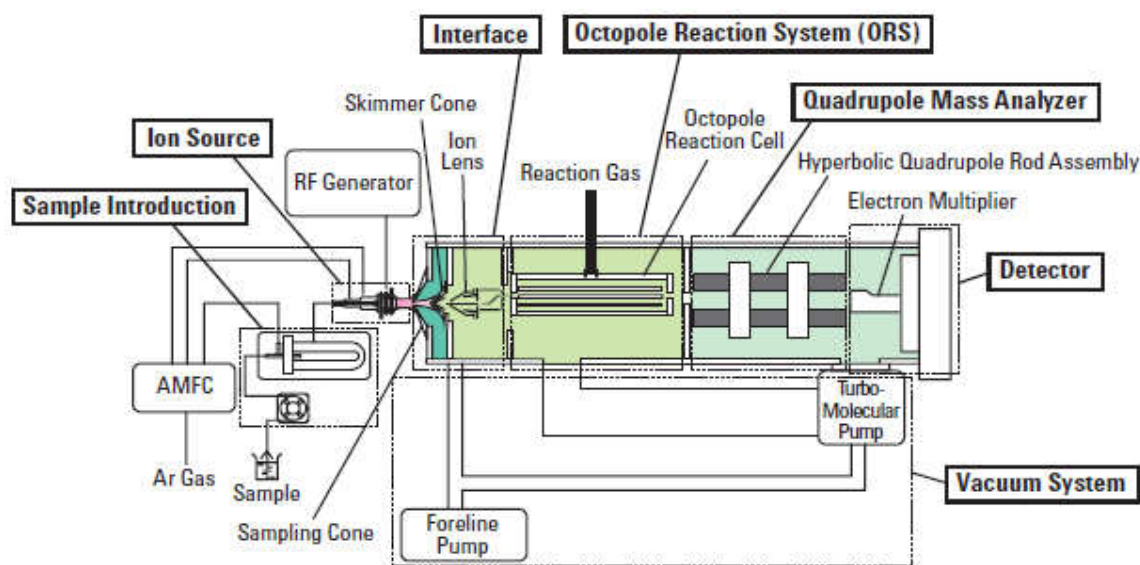
ไฟแสดงสถานะไฟลัมกระพริบสลับเขียว รอจนเปลี่ยนเป็นสีเขียว เครื่องอยู่ในสถานะ [ANALYSIS] หลังจากจุด Plasma ติดแล้ว ให้รอประมาณ 20-30 นาที เพื่อให้เครื่องมีเสถียรภาพคงที่ รอ spray chamber temp เท่ากับ 2 °C

ถ้าเลือก option warmup เครื่องจะเริ่มนับถอยหลังประมาณ 20 นาที จะเริ่มจูนระบบตามหัวข้อ Startup ที่ตั้งเอาไว้ Autosample จะเริ่มดูด tuning solution เพื่อใช้จูน EM, Resolution/Axis, Torch position, Standard lens, และเริ่ม tune เก็บ tune record ใน Performance report history. P/A factor เพื่อปรับการตอบสนอง EM/Detector ให้เป็นเส้นตรง

11. การจูนเครื่องก่อนใช้งานรุ่น 7900 7800 และ 7700

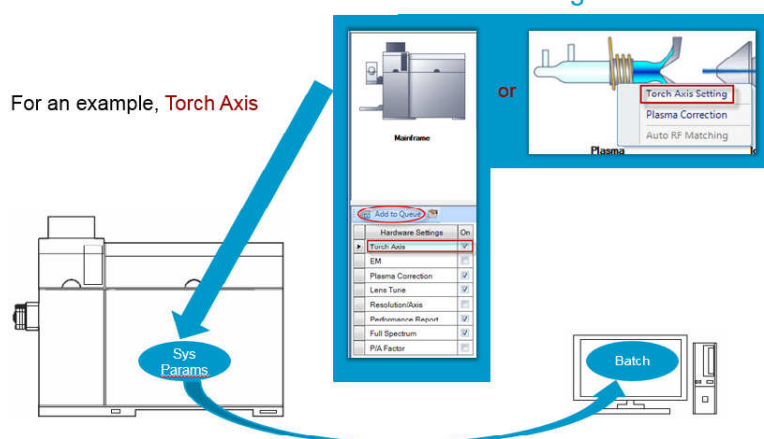
การปรับ Parameter ค่าตัวแปรต่างๆ เพื่อให้เครื่อง ICP-MS โดยการปรับค่า parameter ต่างๆ ต้องถูกปรับและตรวจสอบว่าถูกต้อง ซึ่งอาจใช้สำหรับเพื่อทดสอบความารถของเครื่อง Performance verification หรือ Operational qualification ค่าการทดสอบเทียบกับค่าที่กำหนดตามที่ผู้ผลิตกำหนด หรือได้กำหนดไว้ตามวิธีทดสอบที่กำหนดไว้ เป็นการสร้างความมั่นใจว่าเครื่องมือพร้อมสำหรับการใช้งาน ใช้งานได้ตามปกติ ซึ่งผลการวิเคราะห์ได้จะต้องถูกเช่นกัน

ส่วนประกอบของเครื่องมือ Agilent ICP-MS (Single Quadrupole) ทั่วไป ประกอบด้วย



1. Sample introduction ระบบการนำตัวอย่าง ปรับเพื่อให้ได้ค่า sensitivity ที่ดีที่สุดและตัวรบกวนจากระบบ Plasma เหลือน้อยที่สุด Oxide ratio (CeO), Double charge ratio (Ce²⁺) มี Parameter ที่เกี่ยวข้อง ได้แก่
 - ✓ ระบบ Plasma, ระบบควบคุมแก๊สสารก่อน: Carrier Flow, Make Up Flow, Dilution Flow
 - ✓ ระบบปรับตำแหน่งของ Torch (Torch position): Torch-H, Torch-V, Sample depth
 - ✓ ระบบควบคุมอุณหภูมิของ spray chamber (S/C temp)
 - ✓ การควบคุมรอบของ peristaltic pump
2. Ion Lens ระบบการดูและแยกไอออน การควบคุมการแสไฟฟ้าที่จ่ายไปยัง Lens assembly ประกอบด้วย lens หลายชิ้น
3. Octopole Cell (ORS) ระบบการกรองหรือทำลายตัวรบกวน ที่หลงเหลือจาก Plasma
 - ✓ ระบบควบคุมอัตราการใช้ของ reaction/collision แก๊สต่างๆ เช่น Helium Hydrogen Oxygen NH₃/He
 - ✓ ความถี่ RF ของ Octopole cell
4. Quadrupole Mass Analyzer เรียกว่าระบบวิเคราะห์มวล โดยการแยกมวลของธาตุต่างออกจากกันตามน้ำหนัก ด้วยการผ่านในสนามไฟฟ้า DC และ สนามแม่เหล็ก RF
5. Detector ระบบการตรวจหาปริมาณของธาตุด้วยการขยายสัญญาณด้วย Electron Multiplier (EM) แบบ discrete dynode

ICPMS Masshunter software จะแบ่งขั้นตอนการจูนเป็น 2 ส่วนได้แก่



Startup			
Add Startup Tasks to Queue Select Custom Settings Configure Ignition Sequence			
Hardware Settings	On	Vial #	Monitored Masses
Torch Axis	☒	1306	7 89 205
EM	☒	1306	80
Plasma Correction	☒	1306	
Standard Lenses Tune	☒	1306	7 89 205
Standard Resolution/Axis	☒	1306	7 89 205
Resolution/Axis	☐	1306	7 89 205
Performance Report	☒	1306	Oxide: 140; Doubly Charged: 140
Full Spectrum	☐	1306	
P/A Factor	☒	1202	

SYSTEM PARAMETERS: เกี่ยวข้องกับ Hardware setting เป็น Parameters ที่ต้องปรับให้ถูกต้อง หลังจากจุด Plasma และทำการ warm up เครื่องแล้ว เครื่องจะบังคับให้ทำให้เสร็จสิ้นทุกครั้ง ทำการจูนด้วยระบบ autotune ด้วยค่า standard เพื่อให้ค่าถูกต้อง ตามสเปกทั้งหมด ด้วยหน้า startup

Torch Axis: ปรับหาตำแหน่ง torch ที่ให้ค่า sensitivity สูงที่สุด ในแนว บน-ล่าง (Torch-V) ซ้าย-ขวา (Torch-H)

EM: ปรับ voltage ของ EM เพื่อให้ EM sensitive ตลอดเวลา

Plasma Correction: หาอัตราส่วนของ gas กับ Plasma RF เพื่อให้ได้ค่า oxide ที่ต่ำที่สุด มีประโยชน์มากเมื่อใช้การ dilution ด้วยระบบ HMI ใช้กับสาร matrix สูง

Lens tune: ปรับค่า voltage ของ Lens ให้ได้ sensitivity ที่ดีที่สุด

- ✓ Standard Lense tune
- ✓ User Lense tune

Resolution/Axis: ปรับ QP parameters เพื่อให้ได้ค่ากำหนดของ mass ที่ถูกต้องและการแยกออกจาก mass ใกล้เคียงได้ดี

Performance Report: เก็บค่าที่ได้ไว้ในประวัติ

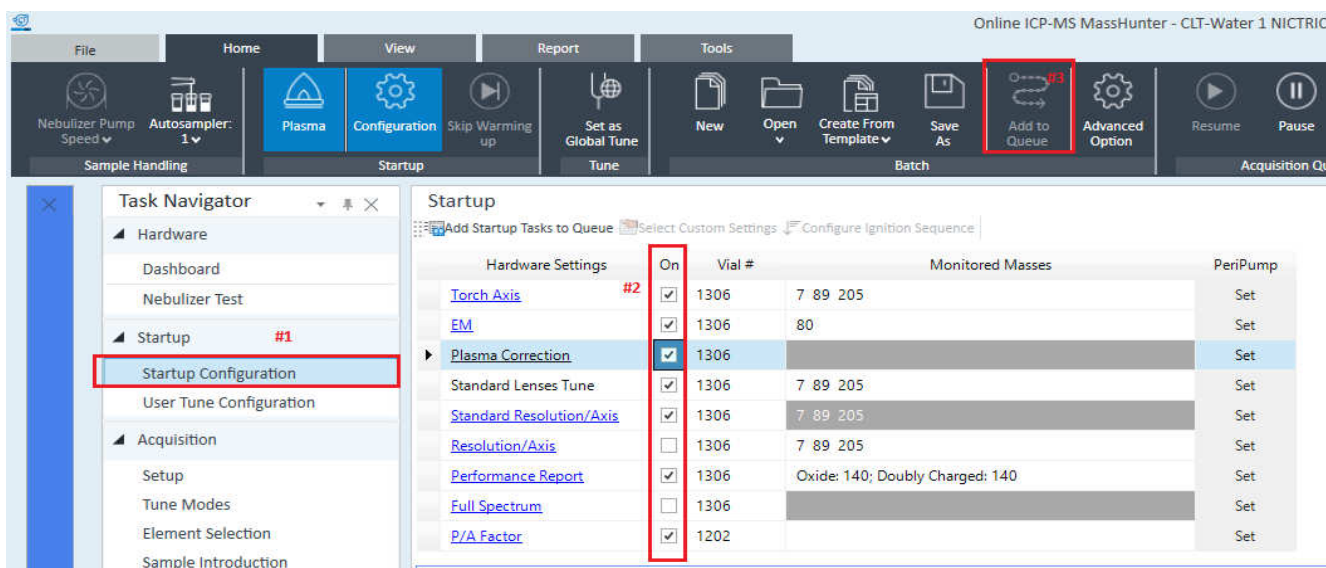
Full Spectrum: scan full spectrum

P/A Factor: ปรับค่าการตอบสนองของ detector ให้เป็นเส้นตรงตลอดแนว

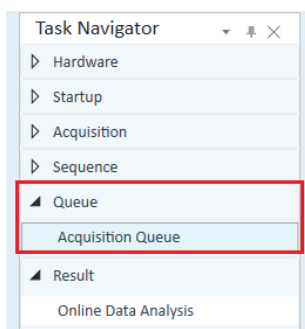
BATCH TUNE PARAMETS: การปรับแต่งค่าที่ได้จาก start up แล้วให้เหมาะกับชนิดของตัวอย่างจริงที่จะวัด ได้แก่ ระบบการนำตัวอย่าง Low matrix, General propose, dilution/UHMI, ระบบการกำจัดตัวรบกวนด้วย reaction/collision cell ต่างๆ โดย parameter เหล่านี้ในแต่ละ batch สามารถปรับเปลี่ยนให้เหมาะสม โดยไม่เกี่ยวข้องกัน

การตั้งค่าการจูน Start UP

- เลือก Plasma เพื่อตั้งค่า Startup Configuration เพื่อทำการเลือกการจูน parameter ไว้ล่วงหน้า โดยสามารถเลือก Load ค่า tune เริ่มต้น แบบ standard tune (default) หรือ User tune (tune parameters ใน batch ที่ให้เก็บข้อมูลจริงมาก็ได้) การเลือกใช้ User Tune จะอธิบายโดยละเอียดในหัวข้อต่อไป
- เลือก parameter ที่ต้องการปรับเปลี่ยน Torch Axis, EM, Plasma Correction, Standard Lens Tune, Resolution/Axis, Performance Report
- เลือก Plasma เพื่อตั้งค่า Configure Ignite Sequence



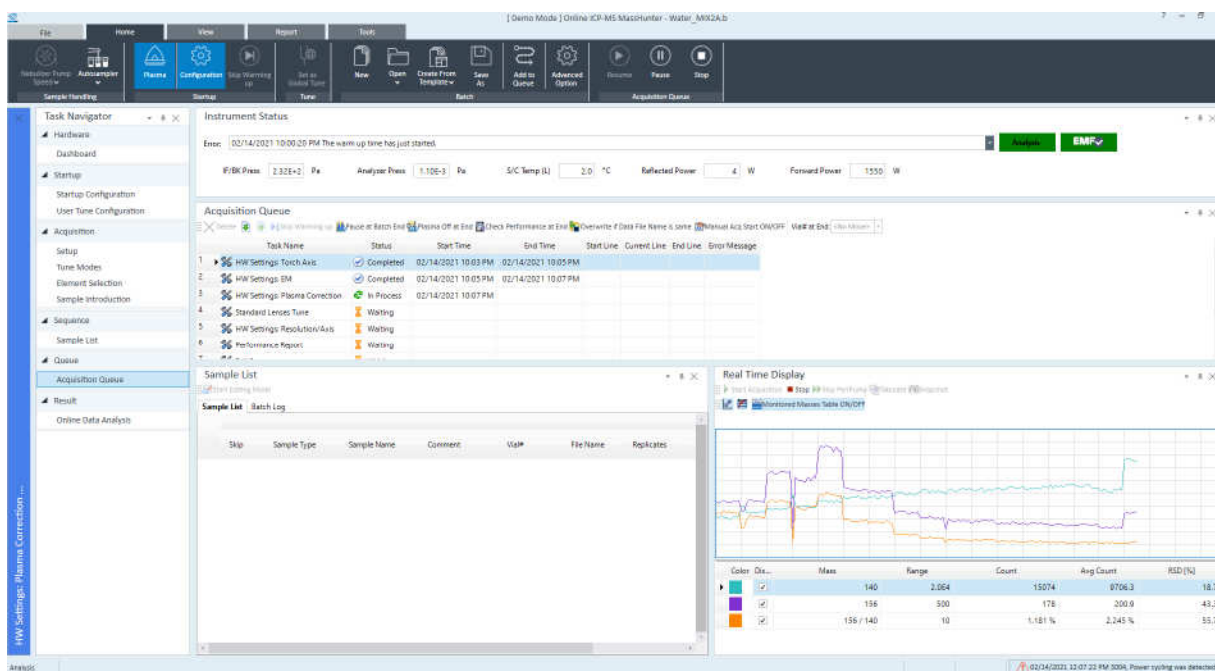
- เลือก Add Startup Task to Queue เพื่อเริ่มปรับโดยระบบ autotune ระบบจะปรับโดยอัตโนมัติ
- เลือก Icon Queue, Queue Configuration



เพื่อดูความก้าวหน้าของการปรับจูน ในกรณีที่เวลาในการ warm-up เครื่องยังไม่ครบ โปรแกรมจะรอ โดยจะแสดงเวลาที่รอด้านล่าง

Remaining Time for Warming Up: 22 min

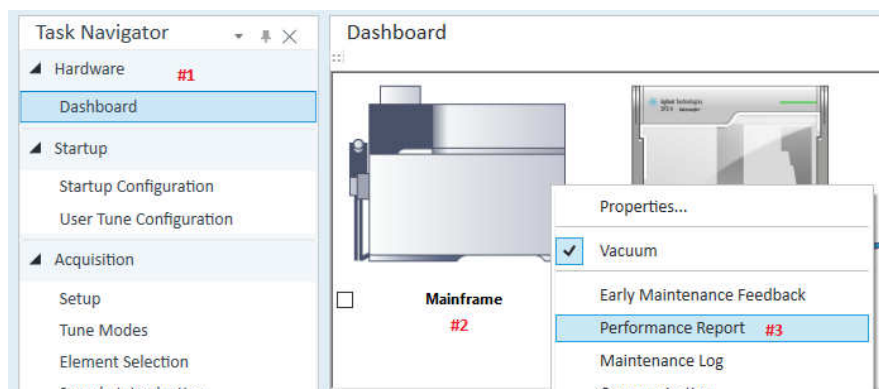
อาจทำการข้ามได้โดยกด **Skip Warm-up** รอจน Task ทำเสร็จทั้งหมด ได้ถ้าต้องการ



Task Navigator		Acquisition Queue				
Hardware		Delete Skip Warming up Pause at Batch End Plasma Off at End Check Performance at End Overwrite If Data File Na				
Dashboard		Task Name	Status	Start Time	End Time	Start Line
Startup		1 HW Settings: Torch Axis	Completed	2/9/2021 8:21 PM	2/9/2021 8:23 PM	
Startup Configuration		2 HW Settings: EM	Completed	2/9/2021 8:23 PM	2/9/2021 8:24 PM	
User Tune Configuration		3 HW Settings: Plasma Correction	Completed	2/9/2021 8:24 PM	2/9/2021 8:30 PM	
Acquisition		4 Standard Lenses Tune	Completed	2/9/2021 8:30 PM	2/9/2021 8:33 PM	
Setup		5 HW Settings: Standard Resolution/Axis	Completed	2/9/2021 8:33 PM	2/9/2021 8:35 PM	
Tune Modes		6 HW Settings: Resolution/Axis	Completed	2/9/2021 8:35 PM	2/9/2021 8:36 PM	
Element Selection		7 Performance Report	Completed	2/9/2021 8:36 PM	2/9/2021 8:41 PM	
Sample Introduction						
Sequence						
Sample List						
Queue						
Acquisition Queue						
Result						
Online Data Analysis						

เมื่อการเลือก Performance Report ไว้เครื่องและเก็บไว้ในฐานข้อมูล (จะไม่มีการพิมพ์ออกมา) โดยสามารถเรียกดูได้ในภายหลัง

- กด Task Navigator, Hardware, Dashboard
- คลิกขวาที่ mainframe, เลือก Performance Report ที่หน้า Performance Report เลือก History View



- คลิกที่วันที่ต้องการแสดง โปรแกรมจะแสดง report ของวันนั้นขึ้นมา
- เพิ่ม/ลด หัวข้อที่ต้องการแสดง กด Select Data Displayed in History View

Mainframe -> Performance Report

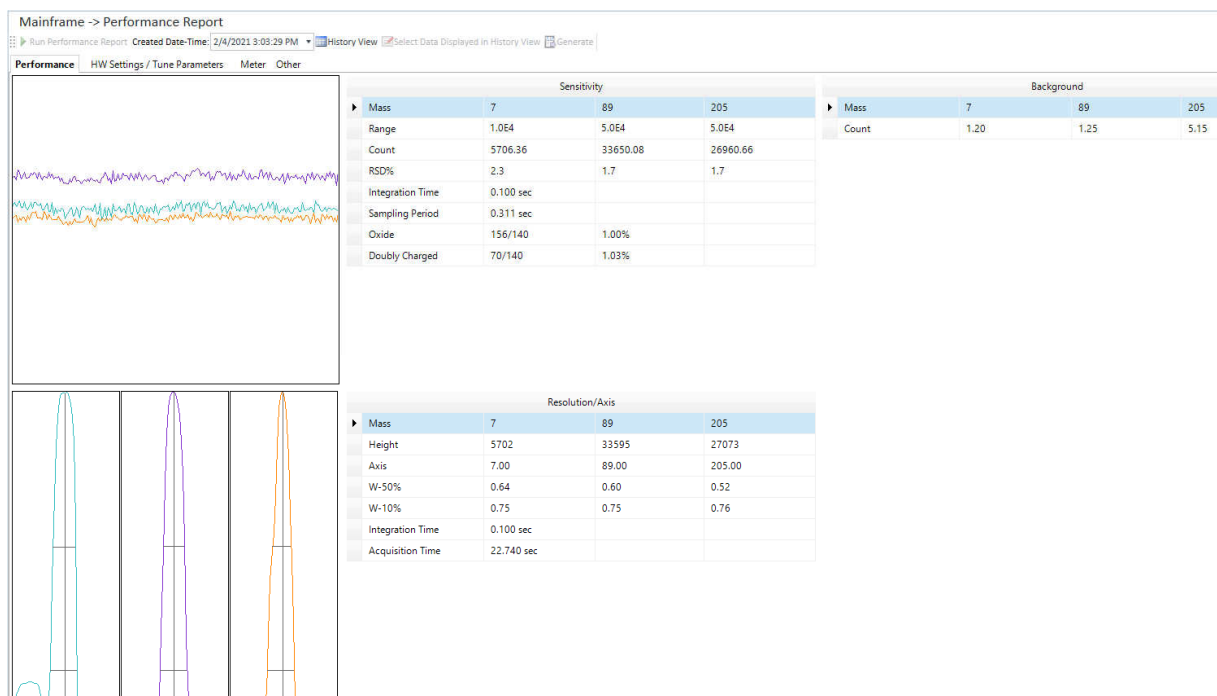
Run Performance Report Created Date-Time: 2/9/2021 8:39:34 PM History View Select Data Displayed in History View Clear Performance Report History Generate

#2	Created Date	Performance Check	Run at End	Sensitivity			Background			Tune Parameters Ion Lenses		
				Channel 1 Count	Channel 2 Count	Channel 3 Count	Channel 1 Count	Channel 2 Count	Channel 3 Count	Extract 1	Extract 2	Omega Bias
▶	2/9/2021 8:39:34 PM	Passed	No	5944.37	27940.77	20269.66	0.80	2.00	5.75	0.0 V	-210.0 V	-70 V
	2/8/2021 4:33:35 PM	Passed	No	5294.47	33522.65	26083.95	0.75	0.90	4.90	0.0 V	-215.0 V	-70 V
	2/5/2021 7:43:43 PM	Passed	No	5020.87	29271.99	21983.96	1.30	1.50	5.35	0.0 V	-220.0 V	-80 V
	2/4/2021 3:03:29 PM	Passed	No	5706.36	33650.08	26960.66	1.20	1.25	5.15	0.0 V	-230.0 V	-80 V

Performance Report

การเก็บประวัติของเครื่องมีประโยชน์มาก สามารถสอกลับได้เมื่อระบบมีปัญหา จึงควรทำ Routine performance check เป็นระยะๆ รูปแบบการเก็บข้อมูล แบ่งออกเป็น 4 หน้าย่อย ดังนี้

1. Performance
2. Hardware setting/Tune Parameters
3. Meter
4. Other



Mainframe -> Performance Report

Run Performance Report Created Date-Time: 2/4/2021 3:03:29 PM History View Select Data Displayed in History View Generate

Performance HW Settings / Tune Parameters Meter Other

Torch			
Hardware Settings			
Name	Value	Unit	
Torch H	0.2	mm	
Torch V	-0.2	mm	

Plasma			
Tune Parameters			
Name	Value	Unit	
RF Power	1550	W	
RF Matching	1.10	V	
Smpl Depth	8.0	mm	
Nebulizer Gas	1.03	L/min	
Gas Switch	Makeup Gas		
Makeup/Dilution Gas	0.00	L/min	
Option Gas	0.0	%	
Nebulizer Pump	0.10	rps	
S/C Temp	2	°C	
Plasma Gas	15.0	L/min	
Auxiliary Gas	0.90	L/min	

Q/Pole			
Tune Parameters			
Name	Value	Unit	
Q/P Bias	-3.0	V	

Cell			
Tune Parameters			
Name	Value	Unit	
Use Gas	NO		
He Flow	0.0	mL/min	
H2 Flow	0.0	mL/min	
3rd Gas Flow	0	%	
OctP Bias	-8.0	V	
OctP RF	200	V	
Energy Discrimination	5.0	V	

Resolution/Axis			
Hardware Settings			
Name	Value	Unit	
Mass Gain	126		
Mass Offset	124		
Axis Gain	0.9999		
Axis Offset	0.02		

EM			
Hardware Settings			
Name	Value	Unit	
Discriminator	3.7	mV	
Analog HV	2212	V	
Pulse HV	957	V	

Ion Lenses			
Tune Parameters			
Name	Value	Unit	
Extract 1	0.0	V	
Extract 2	-230.0	V	
Omega Bias	-80	V	
Omega Lens	9.2	V	
Cell Entrance	-30	V	
Cell Exit	-50	V	
Deflect	13.2	V	
Plate Bias	-35	V	

การปรับตั้งค่าจูนแบบกำหนดเอง User Tune และ System wide parameters

User Tune คือ การกำหนดการปรับค่า ICP-MS parameters ให้ optimized ตามลักษณะ ของ hardware และลักษณะ application ที่ใช้งานที่จะรันตัวอย่างจริงๆ ดังนั้นค่า tune history ที่เก็บรวบรวมไว้จะสอดคล้องกับ method ที่ทำงานจริงๆ

Hardware ได้แก่

- ✓ ชนิดของ nebulizer ที่ใช้งาน Micromist, Miramist, Concentric Quartz, Microflow,... แต่ละชนิดจะเหมาะสมสำหรับค่า Carrier gas flow rate ที่แตกต่างกัน
- ✓ Injector diameter of Torch เช่น standard torch หรือ demountable สามารถเลือก injector diameter ได้ตั้งแต่ 2.5mm, 2.0mm, 1.0mm

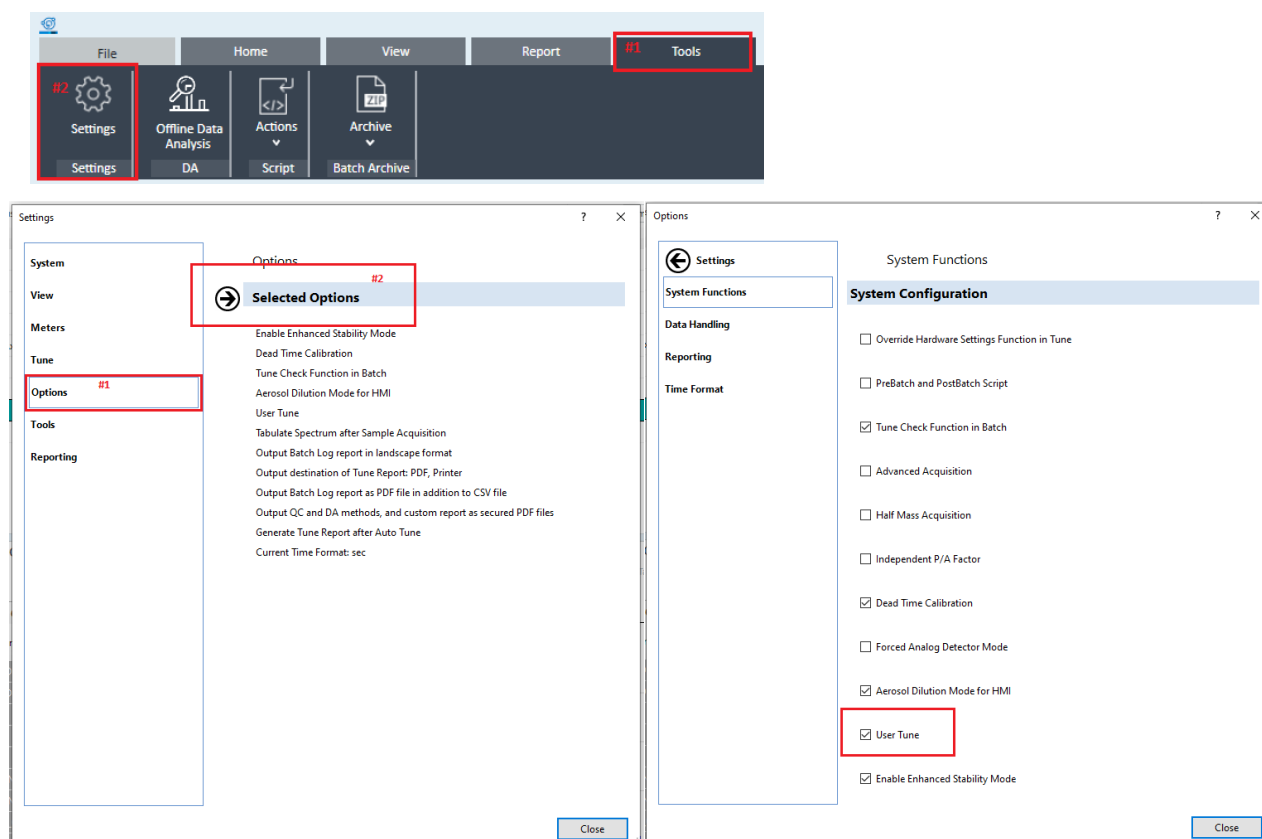
Application ได้แก่ สามารถแบ่งออกเป็นชนิดๆ ได้แก่ Low metric, general purpose, High matrix ตามปริมาณ solid contents หรือ ตัวรบกวนได้แก่ เกลือที่ละลายอยู่ โดยใช้งานการตั้งค่าด้วย Preset method จะมาการปรับเปลี่ยน ค่า parameters ที่เกี่ยวข้องได้แก่ Plasma parameters ทั้งหมด, และจะมีการเร่ง lens parameters เพื่อให้ได้ค่า sensitivity และ ค่า oxide ที่เหมาะสม

13.1 เริ่มทำการ activate function User Tune

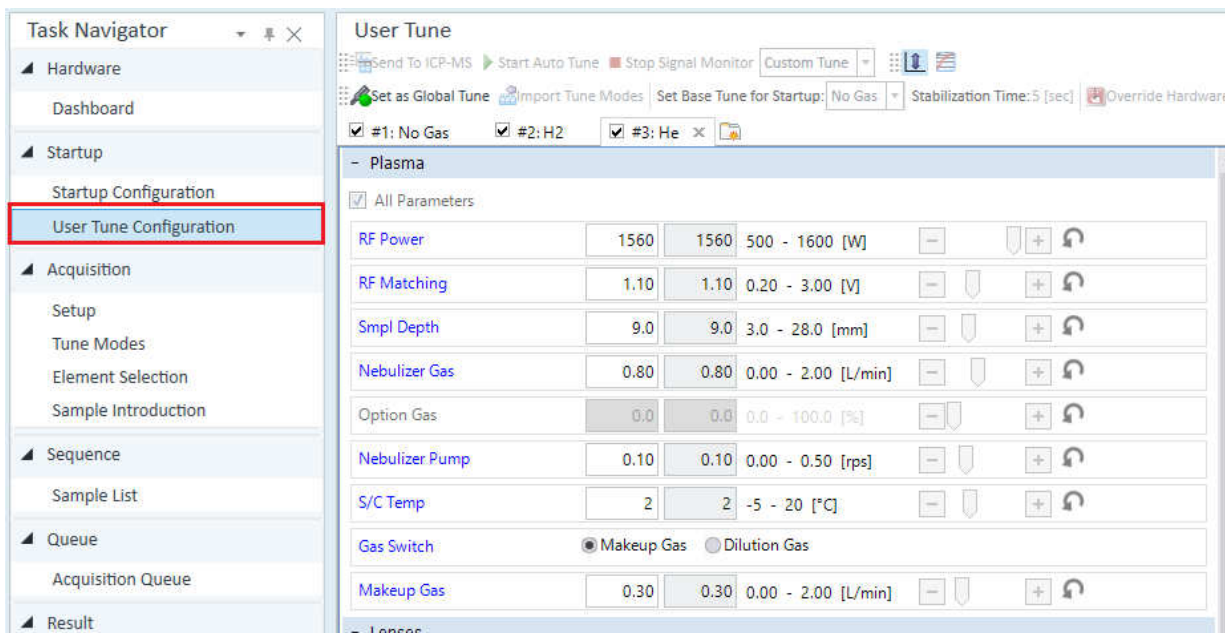
เลือก Tools บน tools bar, Setting

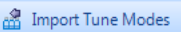
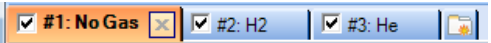
เลือก System configuration

เลือก checkbox ที่ User Tune และ option อื่นๆ กด OK เพื่อยืนยัน

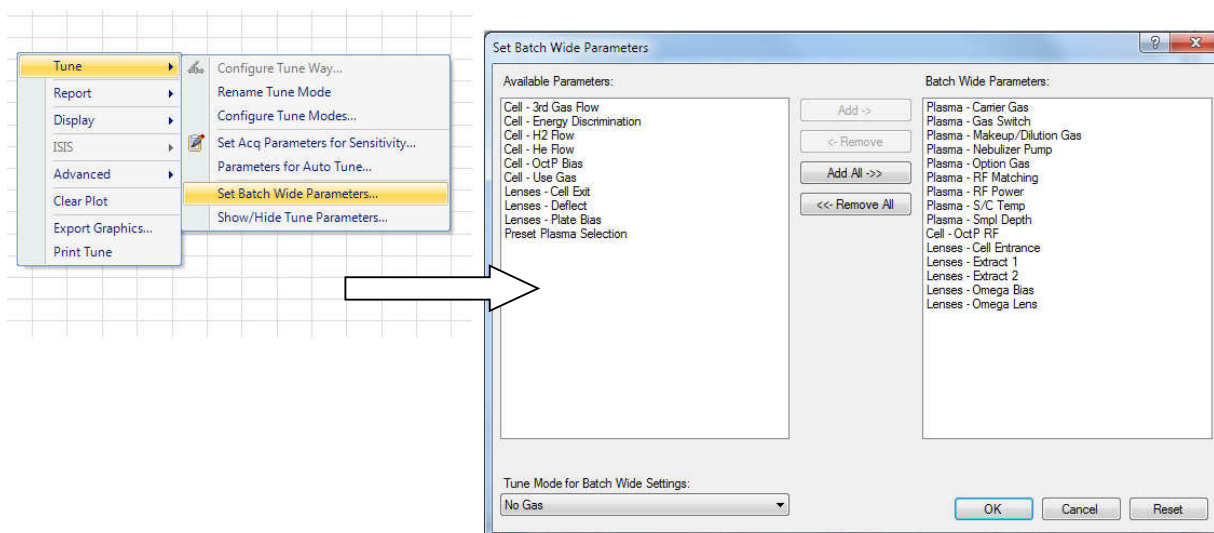


13.2 กำหนดการใช้การปรับค่าจูนแบบกำหนดเอง User Tune เลือก Startup บน Task Navigator, เลือก User Tune Configuration เพื่อเปิดหน้า User Tune



- ✓ เลือก ทำการ load Tune parameters ก่อนหน้าขั้นนี้มา
โดยเลือก Imprt Tune Modes  จาก batch file ต้นแบบ
- ✓ ทำการลบ แก้ไข ปรับแต่ง จูน parameters ในแต่ละ mode ที่ต้องการ

- ✓ ในกรณีที่ใช้ การเก็บ data หลายแบบ spectrum multi-tune (reaction mode หรือ cool plasma) ให้กำหนด System wide parameter โดยคลิกขวาที่บริเวณ sensitivity plot, เลือก Tune, Set Batch Wide Parameters ให้เลือก parameters ที่ซ้ำกันในทุก mode ให้เป็น Batch Wide Parameters (ด้านขวา)

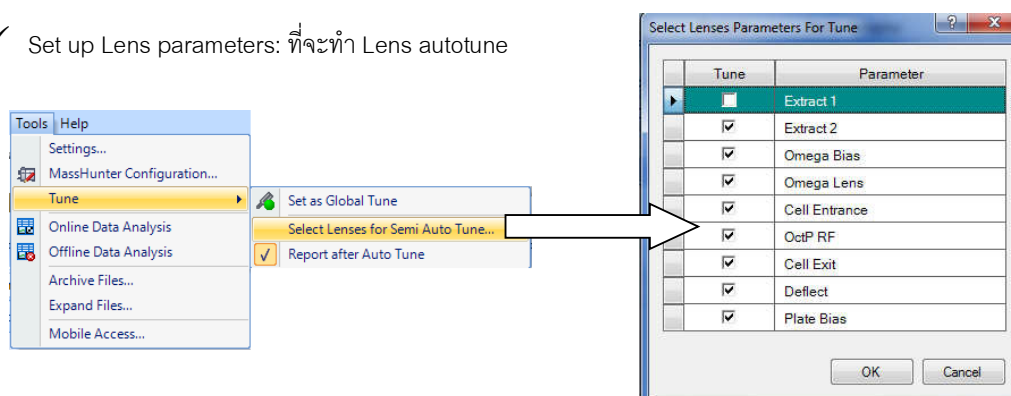
Batch wide parameter หมายถึง parameter ต่างที่ใช้ร่วมกันในทุกๆ mode ที่ใช้สำหรับข้อมูลแบบ spectrum multi-tune ได้แก่ detector parameter ต่างๆ, RF matching, P/A factor, Torch position (H/V) เป็นต้น



- ✓ ให้ปรับแก้ User parameters ที่ต้องการ เช่น Plasma parameters ตาม configuration ที่ใช้งาน

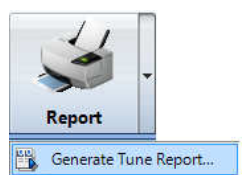


- ✓ Set up Lens parameters: ที่จะทำ Lens autotune



- ✓ เลือก Start Autotune โดยจะทำการปรับค่า Lens parameters ต่างๆจนได้ค่าที่ดีที่สุด คือ Sensitivity และ oxide ratio ตามค่าที่กำหนด

- ✓ เลือกเก็บ tune report โดย generate report ไปที่ Report, Generate tune report



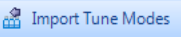
- ✓ ในกรณีที่เลือกใช้ User Tune เพื่อใช้ปรับ system parameters ให้ทำการ Load reference Batch เพื่อให้โปรแกรมทำการจำ Tune parameters ใน batch นั้นขึ้นมาใช้งานก่อน เมื่อทำการจูน System parameters เสร็จแล้ว ให้ทำการ Autotune Tune mode อื่นๆ เพื่อให้ครบ ได้แก่ Nogas, Helium, High Energy Helium, และ Hydrogen.
รุ่น 8800 เพิ่มเติม Oxygen mode และ Ammonia

ดังนั้นเมื่อครบทั้งหมดก็จะ ได้ ICP-MS parameters พร้อมในการทำงานครบทุกแบบที่มี ให้สร้าง method จาก batch ที่ load ขึ้นมา โดยใช้ function Save batch as ให้ลบ tune mode ที่ไม่ต้องการออก และกำหนด elements ที่ต้องการ พร้อมค่า integration time ที่เหมาะสมให้ครบ

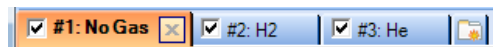
12. หลักการทำ Customized Tune

เมื่อ การปรับ condition ของเครื่อง ICP-MS เพื่อให้ได้ค่าอย่างหนึ่งอย่างใด เป็นไปตาม condition ที่ต่างไปจากค่า default

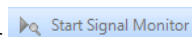
- ✓ เริ่มต้นโดยการ Load เลือก ทำการ load Tune parameters ก่อนหน้าขึ้นมา

โดยเลือก Imprt Tune Modes  จาก batch file ต้นแบบ

- ✓ ทำการลบ แก้ไข ปรับแต่ง จูน parameters ในแต่ละ mode ที่ต้องการ

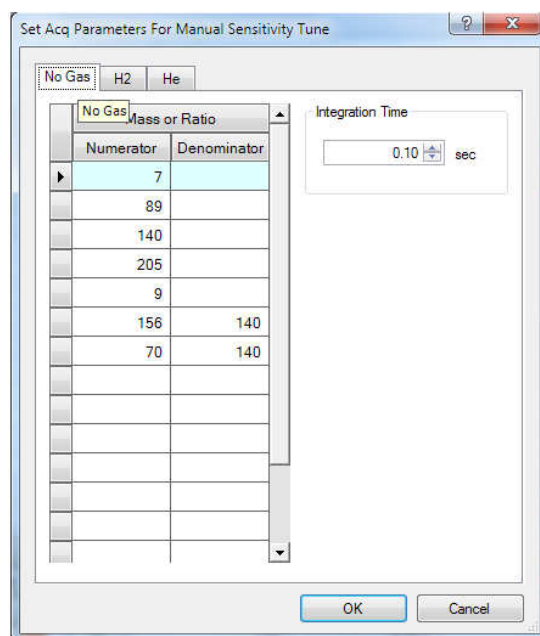
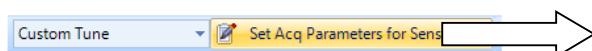


- ✓ ตั้ง ALS เข้าไปดูดูสารจูน แล้วกด Start signal monitor



เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของ สัญญาณ ที่เปลี่ยนแปลงไป ตามค่า Parameters ที่เพิ่ม-ลด

- เลือก Set Acquisition Parameters for sensitivity



- ✓ ด้านซ้าย ของตารางใช้สำหรับ เลือกกำหนด mass หรือ ratio และ Integration time ของ mass ที่ต้องการ ทำการ monitor สามารถ กำหนดให้ program Plot ใน chart ได้
- ✓ ด้านขวา กำหนดค่า Integration time ที่ใช้เก็บ
0.10 sec สำหรับการ monitor sensitivity, oxide ratio
1.00 sec สำหรับการวัดค่า background

หมายเหตุ สามารถทำการ เพิ่มหรือลด mass และ parameter ที่ต้องการให้แสดง โดยเลือก เพื่อ ดู sensitivity, Oxide, Doubly charge, Background ที่เลขมวลต่างๆ

	Color	Display	Mass	Range	Count	Avg C...	RSD [%]
▶		☒	7	5000	0	0.0	0.00
		☒	89	5.0E4	0	0.0	0.00
		☒	140	5.0E4	0	0.0	0.00
		☒	205	5.0E4	0	0.0	0.00
		☐	9	20	0	0.0	0.00
		☐	156 / 140	2	0.000 %	0.000	0.00
		☐	70 / 140	1	0.000 %	0.000	0.00

ตารางสรุป OQ spec ของเครื่องแต่ละรุ่นเปรียบเทียบกัน
(อ้างอิงจากเอกสาร Agilent Standard_EQP_A.02.05)

Autotune

This test uses traceable checkout standards to run a software-executed autotune in all modes that generates a tune report. The tune report provides values for the peak width, mass axis, sensitivity, oxide species, and doubly-charged species sub-tests.

The following table identifies the model specific limits for each setpoint within the autotune test.

Setpoint/Mode	Unit	mass/ion	SQ Limit(s)					
			7700e	7700s	7700x	7800	7900#100	7900#200
Peak Width/No Gas	Amu range @10% height	${}^7\text{Li}$, ${}^{89}\text{Y}$, ${}^{205}\text{Tl}$	0.65 to 0.80			0.65 to 0.80	0.65 to 0.80	
Mass Axis/No Gas	Amu range	${}^7\text{Li}$, ${}^{89}\text{Y}$, ${}^{205}\text{Tl}$	± 0.1			± 0.1	± 0.1	
Doubly-charged Species/No Gas	%	${}^{70}\text{Ce}^{2+}/{}^{140}\text{Ce}^{+}$	≤ 3.45	≤ 6.9	≤ 2.3	≤ 2.3	≤ 2.3	≤ 6.9
Oxide Species/No Gas	%	${}^{156}\text{CeO}^{+}/{}^{140}\text{Ce}^{+}$	≤ 2.3	≤ 3.45	≤ 1.38	≤ 1.38	≤ 1.38	≤ 3.45
Sensitivity/No Gas	Mcps/ppm	${}^7\text{Li}$	≥ 17	≥ 42.5	≥ 25.5	≥ 25.5	≥ 25.5	≥ 42.5
		${}^{89}\text{Y}$	≥ 68	≥ 204	≥ 85	≥ 85	≥ 127.5	≥ 297.5
		${}^{205}\text{Tl}$	≥ 34	≥ 102	≥ 51	≥ 51	≥ 76.5	≥ 110.5
Sensitivity/He	Mcps/ppm	${}^{59}\text{Co}$	≥ 20.4	≥ 34	≥ 20.4	≥ 20.4	≥ 23.8	≥ 34
Sensitivity/H ₂	Mcps/ppm	${}^{89}\text{Y}$	N/A	≥ 85	$\geq 51^*$	$\geq 51^*$	$\geq 68^*$	≥ 85

* Hydrogen option only

Background (No Gas Mode)

This test examines the background of the ICP-MS in no gas mode by monitoring ions during a blank run. Background ions must be below the thresholds detailed in the table below. The data is directly compared to the limit to determine pass/fail.

- For the single quadrupole (SQ) instruments, the no gas mode background signals (${}^7\text{Li}$, ${}^{89}\text{Y}$, and ${}^{205}\text{Tl}$) are pulled directly from the tune report produced during the autotune test and recorded. AMU offset is increased by 100 to allow random background noise measurement and integration time is set to 1.0 second. Data is collected for 20 cycles and average counts are recorded.
- For the triple quadrupole (QQQ) instruments, the no gas mode background signals (${}^9\text{Be}$ and ${}^{238}\text{U}$) are collected using a unique run. Briefly, DI water is infused into the instrument while both quadrupoles are set to the signal masses. Data is collected for 20 cycles and average counts are recorded.

			Limit(s) (* All installed options)						
Setpoint	Unit	mass/ion	7700e	7700s	7700x	7800	7900 #100	7900#200	8800*, 8900*
Background	cps	⁷ Li	≤ 10				≤ 6.9	≤ 5.2	N/A
		⁸⁹ Y	≤ 10				≤ 4.6	≤ 3.5	N/A
		²⁰⁵ Tl	≤ 30				≤ 11.5	≤ 11.5	N/A
		⁹ Be	N/A				N/A		≤ 1.0
		²³⁸ U							

Background (Gas Modes)

This test examines the background of the ICP-MS in the relevant gas modes by monitoring ions during a blank run. For both the He gas mode and the H₂ gas mode, the background signal (${}^{78}\text{Se}$) is collected using a unique run. DI water is infused into the instrument and data is collected for 20 cycles and the average counts recorded. The ions must be below the threshold(s) detailed in the table below. The data is directly compared to the limit to determine pass/fail.

Setpoint/Gas	Unit	mass/ion	SQ Limit(s)							
			7700e	7700s	7700x	7800	7900#100	7900#200	8800#100	8800#200
Background/He	cps	${}^{78}\text{Se}$	≤ 115	≤ 230	≤ 460	≤ 115	≤ 115	≤ 230	≤ 13.8	≤ 345
Background/H ₂	cps	${}^{78}\text{Se}$	N/A	≤ 11.5	$\leq 4.6^*$	$\leq 4.6^*$	$\leq 4.6^*$	≤ 11.5	N/A	N/A

*For hydrogen option only

การทำ P/A หรือ Pulse to Analog Factor Tuning

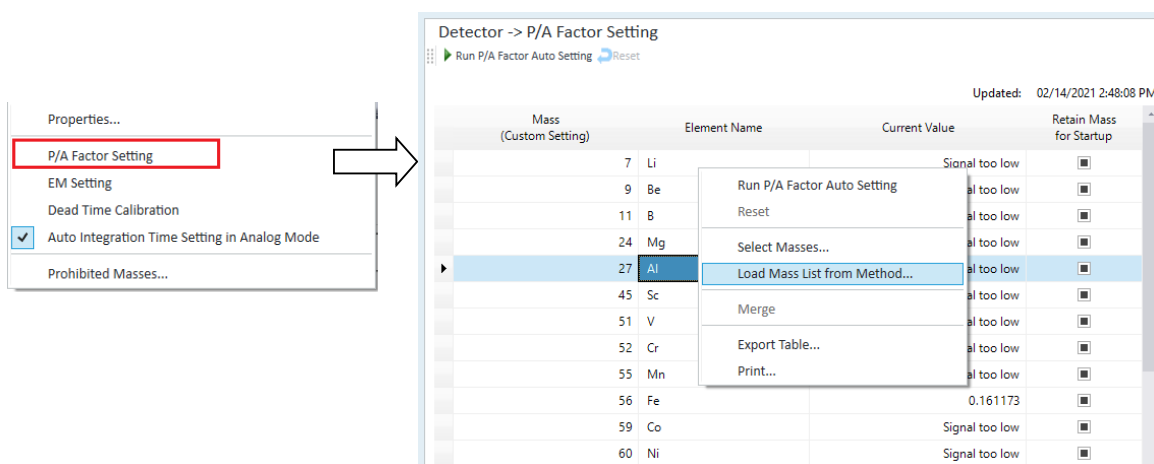
ค่า P/A Factor เป็นอัตราส่วนความสัมพันธ์ระหว่าง Pulse mode กับ Analog mode ที่ทำให้ response ของ Analog และ pulse mode มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงต่อกัน ดังนั้นทุกครั้งที่มีการ tuning detector และมีการปรับ discriminator จะทำให้ค่า P/A factor เปลี่ยน จำเป็นต้องทำการปรับค่า P/A Factor ใหม่ การทำ P/A factor tuning จะทำหลังจากการ daily tune โดยใช้ nogas mode และ/หรือ helium mode เสร็จแล้ว ให้ปฏิบัติตามนี้ คือ

1. เปิดหน้า Hardware/Dashboard

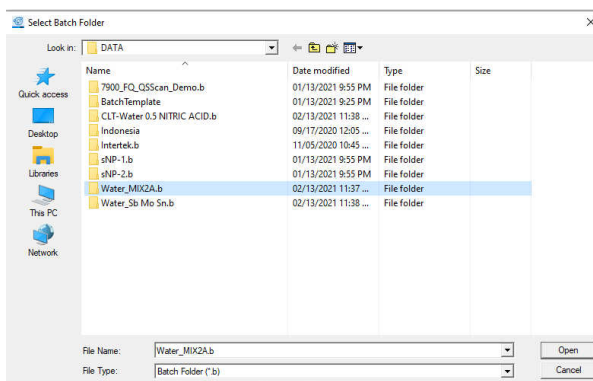


2. คลิกที่ รูป Detector

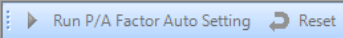
3. เลือก P/A Factor Setting จะปรากฏหน้าต่างข้างล่างขึ้นมา



4. คลิกขวาที่ตาราง เลือก Load Mass List from Method
5. ดับเบิลคลิก เลือก Batch/Method ที่ต้องการวัด หรือ methods ที่ครอบคลุมธาตุที่ต้องการวัดเอาไว้



6. ส่ง autosample จุด สารมาตรฐาน ของธาตุที่สนใจ หรือสารละลายผสมสำหรับจูน P/A factor เข้าเครื่อง โดยสารมาตรฐานผสมที่ใช้ต้อง response กับ detector ระหว่าง 400,000 – 4,000,000 cps (ประมาณ 40-60 ppb ขึ้นอยู่กับ sensitivity ของแต่ละธาตุ และเครื่องแต่ละรุ่น สารมาตรฐานที่ใช้ควรครอบคลุม ตั้งแต่ low mass, medium mass จนถึง high mass โดยธาตุดังกล่าวควรเลือกใช้ mass ที่ไม่เกิด interference (ในกรณีที่ใช้ระบบ online internal standard; ISTD ด้วย ให้จูน ISTD ด้วย เพื่อจูน P/A ของธาตุประกอบในสารละลาย ISTD ไปพร้อมกัน)

7.  กด Run P/A เพื่อเริ่มวัดค่า P/A factor
8. เมื่อเก็บข้อมูลเสร็จแล้ว ค่าที่วัดได้จะถูกเก็บไว้ในตารางในส่วน Current Value
Current value ได้ค่าเป็นตัวเลข OK เลือก Retain Mass for Startup เป็นการ save data ไว้
โปรแกรมจะทำการวัด mass ต่างๆแล้วจะ report ค่า P/A Factor ของแต่ละธาตุออกมา แต่ถ้า ผลของ report แสดงค่าเตือนว่า
- แสดงค่า P/A factor
 - Sensitivity is too low ความเข้มข้นต่ำไป หรือ mass ที่เลือกมี sense ต่ำ ให้เพิ่มความเข้มข้นของสารมาตรฐานจนอยู่ในช่วง
 - Sensitivity is too high ให้ลดความเข้มข้นของ สารมาตรฐานจนอยู่ในช่วง หรือในบางกรณี mass นั้นมีตัวรบกวนสูง ให้ทำการจูน mass นั้นด้วย helium mode แทน โดยอาจไม่ต้องปรับความเข้มข้นของสารจูนเลย

เมื่อสามารถจูนค่า P/A factor ของ mass บางส่วน ให้ทำการ เลือก Retain Mass for Startup เป็นการ save data โดย elements list ดังกล่าวจะถูกเลือกเก็บ เพื่อพร้อมสำหรับใช้ในการทำ P/A factor tune ใน start up list ในครั้งต่อไปโดยอัตโนมัติ

Mass (Custom Setting)		Element Name	Updated: N/A
			Retain Mass for Startup
☐	7	Li	☒
☐	51	V	☒
☐	52	Cr	☒
☐	55	Mn	☒
☐	56	Fe	☒
☐	60	Ni	☒
☐	63	Cu	☒
☐	66	Zn	☒
☐	75	As	☒
☐	89	Y	☒
☐	95	Mo	☒
☐	111	Cd	☒
☐	140	Ce	☒
☐	205	Tl	☒
☐	208	Pb	☒
☒	238	U	☒

Startup

Add to Queue Select Custom Settings

Hardware Settings	On	Vial #	Monitored Masses	PeriPump
Torch Axis	☒	2	7 89 205	Set
EM	☒	2	80	Set
Plasma Correction	☒	2		Set
Lens Tune	☒	2	User Tune	Set
Resolution/Axis	☒	2	7 89 205	Set
Performance Report	☒	2	Oxide: 140; Doubly Charged: 140	Set
Full Spectrum	☐	2		Set
P/A Factor	☒	1088	7 51 52 55 56 60 63 66 75 89 95 111 140 205	Set

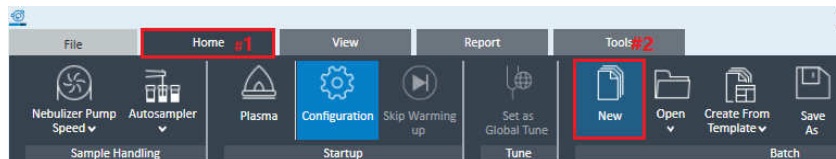
Standard Setting

Vial# Monitored Masses: 7 89 205 Set PeriPump/ISIS

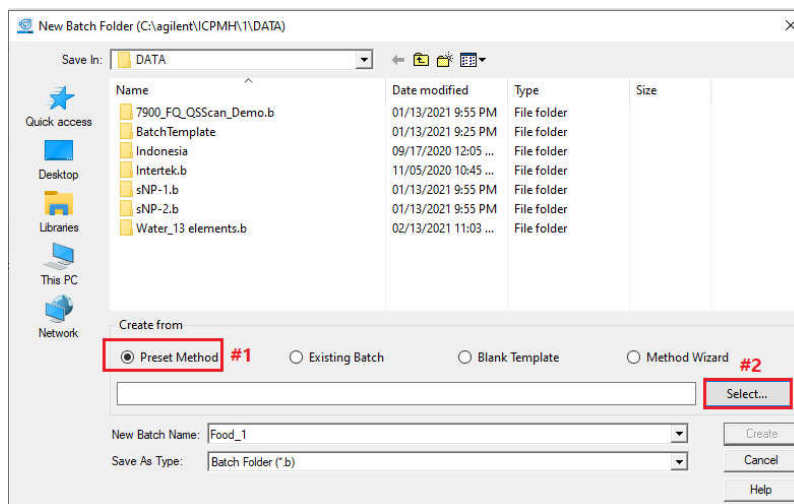
6. การสร้าง Batch file โดยใช้ Preset Method

ใน Batch file จะบรรจุทุกสิ่งทุกอย่างที่เกี่ยวข้องกับการวัดตัวอย่าง ได้แก่ Tune file, Acquisition method, sample run list, Data file, Data analysis method, report file,...

- เลือก #1 Home #2 New (New batch folder) เลือก folder ที่ใช้ save หรือ สร้างใหม่

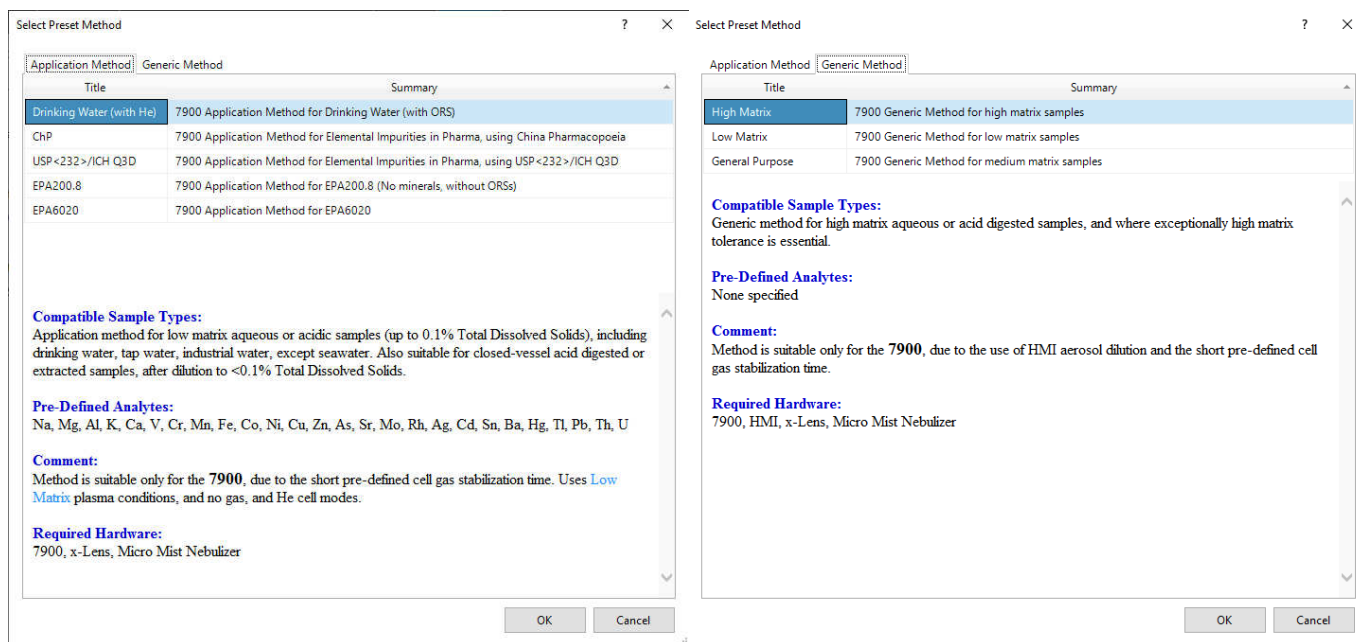


- เลือก Preset Method, กดปุ่ม Select

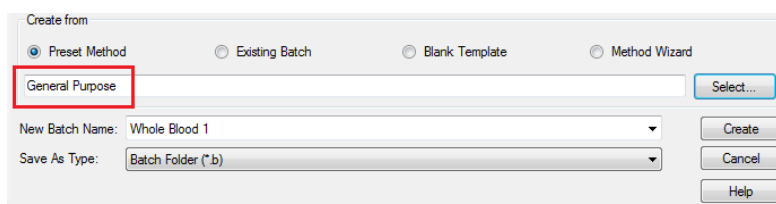


- เลือก default method ที่ได้ตั้งค่าได้ 2 วิธี คือ ตามชนิดของ Application Methods หรือ Generic Methods ทำการ highlight เพื่อเลือก methods ที่ต้องการ, กด OK

ให้พิจารณาดูรายละเอียดด้านล่าง ให้เหมาะสมกับชนิดและ mode ที่ใช้งานของตัวอย่างและธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ Method ที่ใช้งานได้ทั่วไป คือ General Purpose (Nogas, He, HEHe, H2) เป็นต้น

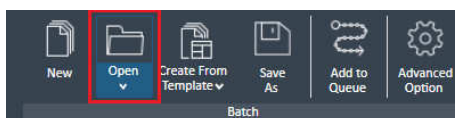


- เมื่อคลิกปุ่ม OK แล้ว Method จะถูก load มาตามตัวอย่าง, ตั้งชื่อของ Batch ที่ตั้งใหม่ในช่อง New Batch Name, เลือก Create



6.1 การแก้ไข Method

- เปิด Batch ที่สร้างไว้แล้ว



Batch folder ที่ถูก load แล้วจะแสดงอยู่ข้างชื่อ Masshunter software เช่น Water_MIX 2A.b

Online ICP-MS MassHunter - Water_MIX2A.b

- ใช้ Task Navigator ในส่วน Acquisition เพื่อแก้ไข method ที่ละส่วน

6.1.1 Setup

Batch - Water_MIX2A.b

Validate Method

Acq Mode: Spectrum

Spectrum Mode Option: Peak Pattern: 3 Points

Replicates: 3 Sweeps/Replicate: 50

Acq Option:

- ☒ Auto/Semi Auto Tune before Batch
- ☒ Generate Tune Report
- ☒ P/A Factor Adjustment

Task Navigator:

- Sample List
- Queue
- Acquisition Queue
- Result
- Online Data Analysis

✓ Setup กำหนดชนิดการตรวจวัดแบบ Spectrum

Spectrum เก็บข้อมูลตาม Integrate time ที่กำหนด

Peak Pattern: 3 points หรือ 1 point

Replicate: 3 หรือมากกว่า

Sweep/Replicate: 50 (Default)

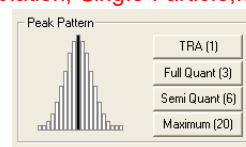
Mass spectrum จะมีการกระจายตัวเป็น peak มียอด peak สูงสุด เมื่อทำการ tune ค่า resolution/axis ในขั้นตอน Startup แล้ว การกระจายตัวจะมีค่าตาม spec คือ

- ✓ Assigned mass error ไม่เกิน 0.1 amu,
- ✓ Peak width @ 10% height น้อยกว่า 0.8 amu
- ✓ Peak Pattern: โปรแกรมจะทำการแบ่ง mass spectrum ออกเป็น 20 ส่วน ตามความละเอียด 0.05 amu

รูปแบบของการเก็บข้อมูล มี 4 แบบ คือ

TRA (1): เก็บข้อมูลที่ยอด mass spectrum เท่านั้น เร็ว เหมาะกับรูปแบบการเก็บข้อมูลที่ต้องการความถี่สูงๆ เช่น Time Resolve Analysis เมื่อต่อกับเครื่อง HPLC, GC, Laser Ablation, Single Particle,...

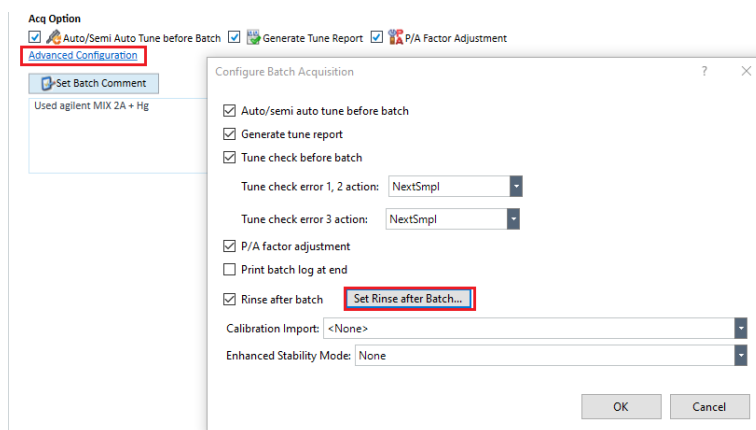
Full Quant (3): เก็บข้อมูล โดยใช้ 3 ส่วนกลางมาเฉลี่ย เมื่อต้องการความแม่นยำในการเก็บข้อมูล ซึ่งในบางครั้ง ยอดของ spectrum อาจ shift ได้บ้าง



Semi Quant (6): เก็บข้อมูลกระจายตลอดช่วง ใช้สำหรับ Scan หา unknown แบบ Semi-Q

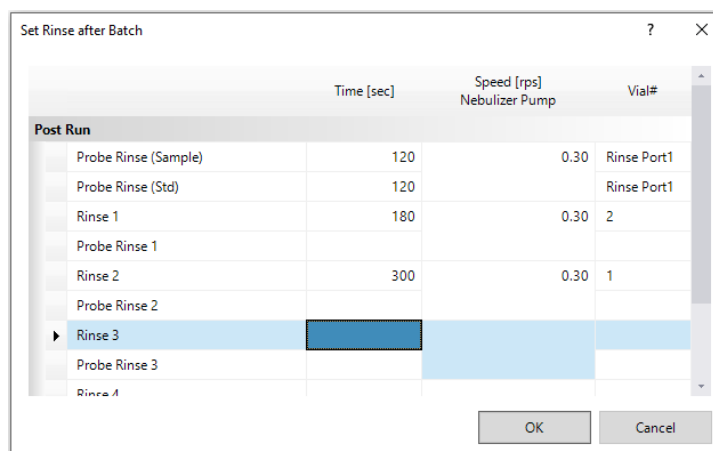
Maximum (20): เก็บข้อมูลเป็น Full Spectrum ใช้วิธีเฉพาะ

- ✓ Acq Option: เริ่มทำ...ก่อนเก็บข้อมูล
 - Auto/Semi Autotune before batch ปรับเลนซ์ก่อน
 - Generate Tune report บันทึก PDF ของผลการจูนไว้ใน folder
 - P/A Factor adjustment ปรับความตรงของดีเทคเตอร์
- ✓ [Advanced configuration](#) บางอย่างเพิ่มเติม



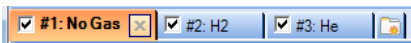
Rinse after batch เพื่อล้างระบบหลังจาก เก็บข้อมูลใน sample list เสร็จแล้ว

เช่นตัวอย่าง ล้างกรดที่ rinse port 2 นาที ตามด้วยกรดผสมที่ขวด#2 ตามด้วยน้ำ DI ที่ขวด#1



การล้างระบบก่อนปิดเครื่องทำให้ลดปัญหาการเกาะติด การอุดตันของตัวอย่าง ในระบบ sample introduction ของเครื่องได้ดี ลดการปนเปื้อนไปยัง batch ต่อไป เพื่อพร้อมจะวัดตัวอย่าง ชุดใหม่ในทันที

6.1.2 Tune modes ปรับแต่งค่า tune mode และ tune parameters ที่ใช้งานให้เหมาะสมกับ matrix และธาตุที่ต้องการใช้งาน

- Tune mode #1:Nogas #2: H2 #3: He #4: HEHe #5: O2 #6:NH3 (ตามวัตถุประสงค์)
- โดยสามารถเพิ่ม หรือ ลด mode เหลือเท่าที่จำเป็น 
- ปรับเปลี่ยน Plasma mode เป็น Low matrix, General purpose, HMI (4-100 เท่า) สามารถเลือกใช้งานตัวตัวอย่างที่ใช้งาน ตั้งแต่ Solid 0 - 25% หรือ Low matrix – HMI100

การใช้งาน UHMI มีข้อดี คือ ตัวอย่างเข้าเครื่องน้อยลง เพิ่ม long term stability, carrier flow rate ที่สูงกว่า HMI เดิมทำให้เวลาล้างตัวอย่างออกจากระบบสั้นกว่าเดิม

Plasma mode	Sample depth (mm)	Carrier/HMI (L/min)	Carrier/HMI (L/min)
		7700/7800/8800	7850/7900/8900
Low matrix	8.0	1.05	1.05
General popose	10.0	1.05	1.05

HMI-4 (HMI-L)	10.0	0.6	0.8
HMI-8 (HMI-M)	10.0	0.35	0.68
HMI-25 (HMI-H)	10.0	0.23	0.65
HMI-50	10.0	N/A	0.4
HMI-100	10.0	N/A	0.33

- เลือกเปลี่ยน Plasma mode แบบ autotune หรือ custom tune (เลือก configure tune way) สามารถแก้ไข Carrier flow rate, Makeup flow rate, Dilution flow rate, Sample depth, RF power เมื่อต้องการปรับค่าเองโดยอิสระ (รายละเอียด จะใช้การบรรยาย)

○ Low Matrix

[Typical Sample]

Low matrix aqueous or acid digested samples (<0.1% Total Dissolved Solids), and where high sensitivity is required.

[Application]

Drinking Water, EPA 200.8

● General Purpose

[Typical Sample]

Typical aqueous or acid digested samples (up to 0.2% Total Dissolved Solids), and where matrix tolerance is more important than highest sensitivity.

[Application]

EPA 6020, USP<232>/ICH Q3D, China Pharmacopoeia

○ High Matrix

[Typical Sample]

High matrix aqueous or acid digested samples, and where exceptionally high matrix tolerance is essential.

[Application]

Material, RoHS

The screenshot displays the ICP-MS software interface. On the left, a sidebar menu shows 'Acquisition', 'Setup', 'Tune Modes' (highlighted with a red box), 'Element Selection', 'Sample Introduction', 'Sequence', 'Sample List', 'Queue', 'Acquisition Queue', 'Result', and 'Online Data Analysis'. The main window is titled 'Batch - Water_MIX2A.b' and contains several tabs: 'Validate Method', 'Send To ICP-MS', 'Start Auto Tune', 'Start Signal Monitor', 'Configure Tune Way', and 'Set Acq Parameters for Sensitivity'. The 'Configure Tune Way' tab is active, showing the 'Plasma' mode configuration. Under 'Plasma Mode', 'General Purpose' is selected. The 'Lenses' section includes settings for Extract 2, Omega Bias, Omega Lens, and Deflect. The 'Cell' section includes settings for Use Gas, He Flow, H2 Flow, 3rd Gas Flow, OctP RF, and Energy Discrimination. The 'Use Gas' checkbox is checked, and the 'He Flow' is set to 0.0 mL/min.

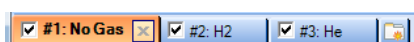
สำหรับเครื่อง 7700/7900/8800/8900 จะสามารถเลือกใช้งานได้ทั้งแบบมาตรฐาน (Nogas) และระบบกรองตัวรวมกวน (Collision/Reaction)

- Normal mode (Nogas): ใช้กับธาตุที่ไม่มีการรวมกวนด้วย Polyatomic molecule จะให้ sensitivity สูง เรียก Nogas เพราะไม่มีการใส่แก๊สเข้าไปใน ORS cell Polyatomic จึงถูกกำจัด
- Helium mode (He): ใช้กับธาตุที่มีตัวรวมกวนทั่วไป โดยใช้หลักการ collision ด้วย Helium gas
- High energy helium mode (HEHe): ใช้กับธาตุที่มีตัวรวมกวนที่กำจัดออกยาก ได้แก่ 80ArAr โดยใช้หลักการ collision dissociation ด้วย Helium gas พลังงานสูง (ทดแทนเมื่อไม่มี Hydrogen mode)
- Hydrogen mode: (H2): ใช้กับธาตุที่มีตัวรวมกวนประเภท Argon base (Argrid) ได้แก่ 40Ar, 56ArO, 80ArAr โดยใช้หลักการ reaction ด้วย hydrogen gas (มีประสิทธิภาพสูงกว่า HEHe)

สำหรับ ICPMS 8800/8900 เท่านั้น

- Oxygen mode: ใช้กับธาตุที่มีตัวรวมกวน โดยเกิด reaction กับ Oxygen เป็น +16amu
- Ammonia mode ใช้กับธาตุที่มีตัวรวมกวน โดยเกิด reaction เป็น Ammonia cluster

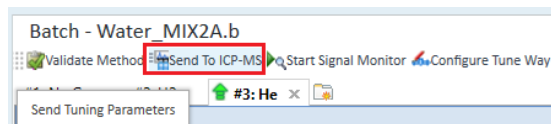
✓ คลิกขวาวบริเวณ Tune mode ทำ highlight กด Delete เพื่อทำการลบ tune mode ที่ใช้งานเท่านั้น



○ เริ่มการ Tune โดยสั่ง auto sampler ให้ดูดสารละลาย tuning solution รอให้สารเข้าไปในเครื่อง

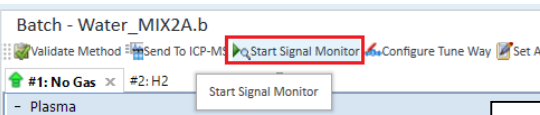
○ กำหนด Mode ที่จะทดสอบ โดยคลิก ที่ mode เช่น NOGAS กดปุ่ม Send to ICP-MS เพื่อให้เครื่อง ICP-MS ปรับเปลี่ยน mode โดยการ upload ข้อมูลที่ต้องการ

(ลูกศรสีเขียวชี้ขึ้น บอกถึง tune mode นั้นถูก upload เช่น #3:He)

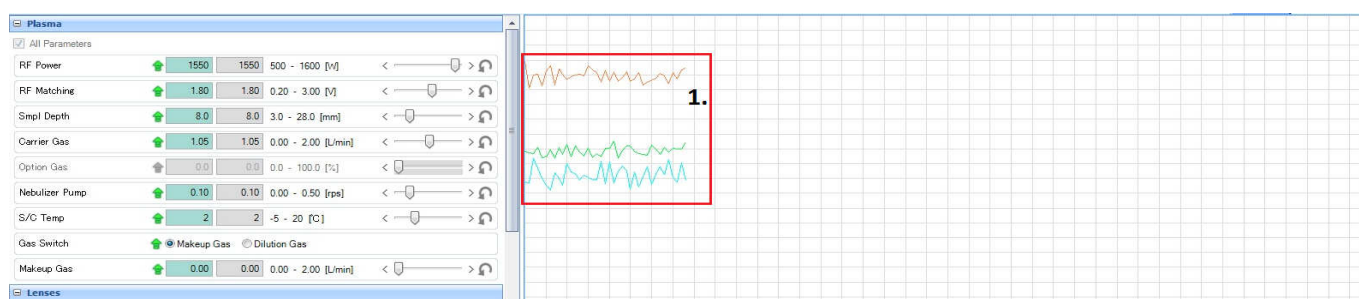


○ กด Start Signal Monitor เพื่อสังเกตสัญญาณเริ่มต้นก่อนเริ่มสั่ง autotune เครื่องจะเริ่มการอ่านสัญญาณในรูปของกราฟ ให้รอสัญญาณนิ่งสักพัก กดปุ่มเดิมอีกครั้ง เพื่อหยุดการทำงาน

○ เริ่มการเก็บสัญญาณ start Signal Monitor



○ กดปุ่มเดิมเพื่อ หยุดการ monitor



การแปลข้อมูลของสัญญาณ บ่งบอกถึง การพิจารณาความพร้อมของเครื่องมือ ให้เปรียบเทียบกับ specification อ้างอิงในตาราง ถ้าอยู่ในช่วงแล้วอาจไม่จำเป็นต้องทำ autotune อีก

1. ความเสถียร (stability and deviation) สัญญาณต้องเรียบ มีค่า %RSD ที่ต่ำ
ในตรวจสอบสภาพของสารนำตัวอย่างและแรงกดให้เหมาะสม ถ้าสายสภาพไม่ดีในเปลี่ยน ในกรณี reaction mode สัญญาณยังคงเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เกิดจาก reaction gas ยัง purge ไม่ดีพอให้ purge ต่อไปเรื่อยๆ ด้วย flow rate สูงที่สุด
2. Sensitivity ของ Low mass (7Li), Middle mass (89Y), High mass (205Tl) ที่ผสมกันอยู่ใน tune solution เปรียบเทียบกับ specification (หน่วยเป็น cps/ppb)
3. %Oxide เกิดจาก CeO วัดจากอัตราส่วนของ 156/140 แสดงถึงปริมาณตัวรบกวนประเภทออกไซด์ในระบบ โดยปกติจะควบคุมให้อยู่ที่ 1-1.5%
4. %Doubly charge เกิดจาก Ce2+ วัดจากอัตราส่วนของ 70/140 แสดงถึงการแตกตัวเป็น double charge ของธาตุที่แตกตัวเป็น 2+ ได้ง่าย โดยปกติจะควบคุมให้น้อยที่สุด < 3%
5. Background เป็นสัญญาณรบกวนจากสัญญาณไฟฟ้าของระบบ อาจใช้จุดที่ไม่ควรพบธาตุใดๆ

เช่น 5 amu, 9 amu, 220 amu ค่าที่วัดได้ต้องน้อยที่สุด โดยปกติจะควบคุมให้น้อยที่สุด < 5 cps

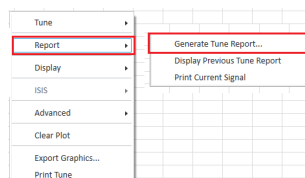
เมื่อพอใจกับค่า sense, Oxide, doubly charge แล้ว

กดปุ่ม Start Auto Tune เริ่มการทำ autotune



หรือ generate report เมื่อไม่ต้องปรับตั้งค่าใดๆ

บริเวณกราฟคลิกขวาแล้วเลือก report



ถ้าค่าที่ monitor ไม่ผ่าน spec หรือ ทำการปรับค่าด้วย Manual tune สำหรับ autotune เครื่องจะทำการปรับ lens ทั้งหมดให้ได้ sensitivity และความตอบสนองได้ค่าดีที่สุด เท่าที่จะเป็นได้

(ให้เปรียบเทียบกับ specification ที่กำหนดไว้)

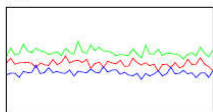
หลังจากการ autotune เสร็จสิ้นแล้วเครื่องจะแสดงผลในรูปแบบของ Adobe Acrobat Reader ที่หน้าจอ พร้อมกับ เครื่องพิมพ์จะพิมพ์ผลการจูนออกมาทันที PDF file จะจัดเก็บ Batch folder >> Tune report

Tune Check Report

Operator Name MASSHUNTER
 Acq/Data Batch C:\Agilent\CPMH11\User\Tune_7900.b
 Acq. Date-Time 2/10/2021 12:11:03 PM
 Report Comment ---
 Instrument Name N8403A SG20520202

[No Gas]

Sensitivity



Sampling Period [sec] 0.311
 Integration Time [sec] 0.1

Mass	Range	Count	Resp [cps/(ug/l)]	Resp (Required) [cps/(ug/l)]	Resp (Flag)
7	10000	4835	48353.41	30000.00	
89	50000	29483	294825.86	150000.00	
205	50000	19900	198998.16	90000.00	

Mass	Resp Ratio	Resp Ratio (Required)	Resp Ratio (Flag)
7	-	-	-
89	-	-	-
205	-	-	-

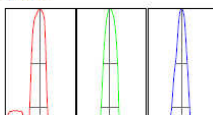
Mass	RSD%	RSD% (Required)	RSD% (Flag)
7	6.131	15.000	
89	5.781	15.000	
205	8.497	15.000	

Mass	Background	Background (Required)	Background (Flag)
7	1.300		
89	0.800		
205	7.200		

Oxide/Doubly Charged Ratio

Oxide 156 / 140 0.752 %
 Doubly Charged 70 / 140 1.008 %

Resolution/Axis



Integration Time [sec] 0.1
 Acquisition Time [sec] 22.74
 Y Axis Linear

1 of 5

2/10/2021 12:11 PM

Tune Check Report

Mass	Peak Height	Axis	Axis (Required)	Axis (Flag)
7	4627.25	7.00	8.95 - 7.05	
89	28349.26	88.95	88.95 - 89.05	
205	19041.71	205.00	204.95 - 205.05	

Mass	W-50%	W-10%	W-10% (Required)	W-10% (Flag)
7	0.63	0.765	0.800	
89	0.62	0.762	0.800	
205	0.51	0.771	0.800	

Tune Parameters

Plasma Parameters

Plasma Mode	---	Nebulizer Gas	0.80 L/min	Makeup Gas	0.30 L/min
RF Power	1560 W	Option Gas	---	Auxiliary Gas	0.90 L/min
RF Matching	1.10 V	Nebulizer Pump	0.10 rps	Plasma Gas	15.0 L/min
Sample Depth	9.0 mm	S/C Temp	2 °C		

Lens Parameters

Extract 1	0.0 V	Omega Lens	9.7 V	Deflect	13.2 V
Extract 2	-215.0 V	Cell Entrance	-30 V	Plate Bias	-35 V
Omega Bias	-80 V	Cell Exit	-50 V		

Cell Parameters

Use Gas	No	3rd Gas Flow	---	Energy Discrimination	5.0 V
He Flow	0.0 mL/min	OxP Bias	-8.0 V		
H2 Flow	0.0 mL/min	OxP RF	180 V		

QP Parameters

Mass Gain	126	Axis Gain	0.9999	QP Bias	-3.0 V
Mass Offset	124	Axis Offset	0.00		

Hardware Settings

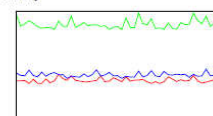
Torch					
Torch H	0.3 mm	Torch V	0.0 mm		

EM

Discriminator	3.9 mV	Analog HV	2193 V	Pulse HV	929 V
---------------	--------	-----------	--------	----------	-------

[H2]

Sensitivity



Sampling Period [sec] 0.31
 Integration Time [sec] 0.1

Mass	Range	Count	Resp [cps/(ug/l)]	Resp (Required) [cps/(ug/l)]	Resp (Flag)
59	5000	1823			
89	20000	17790	177896.43	80000.00	

2 of 5

2/10/2021 12:11 PM

Tune Check Report

Mass	Range	Count	Resp [cps/(ug/l)]	Resp (Required) [cps/(ug/l)]	Resp (Flag)
205	50000	20892			

Mass	Resp Ratio	Resp Ratio (Required)	Resp Ratio (Flag)
59	-	-	-
89	-	-	-
205	-	-	-

Mass	RSD%	RSD% (Required)	RSD% (Flag)
59	5.523		
89	4.552	15.000	
205	5.067		

Mass	Background	Background (Required)	Background (Flag)
59			
89			
205			

Tune Parameters

Plasma Parameters

Plasma Mode	---	Nebulizer Gas	0.80 L/min	Makeup Gas	0.30 L/min
RF Power	1560 W	Option Gas	---	Auxiliary Gas	0.90 L/min
RF Matching	1.10 V	Nebulizer Pump	0.10 rps	Plasma Gas	15.0 L/min
Sample Depth	9.0 mm	S/C Temp	2 °C		

Lens Parameters

Extract 1	0.0 V	Omega Lens	8.9 V	Deflect	-1.4 V
Extract 2	-215.0 V	Cell Entrance	-40 V	Plate Bias	-60 V
Omega Bias	-80 V	Cell Exit	-60 V		

Cell Parameters

Use Gas	Yes	3rd Gas Flow	---	Energy Discrimination	3.0 V
He Flow	0.0 mL/min	OxP Bias	-18.0 V		
H2 Flow	6.0 mL/min	OxP RF	200 V		

QP Parameters

Mass Gain	126	Axis Gain	0.9999	QP Bias	-15.0 V
Mass Offset	124	Axis Offset	0.00		

Hardware Settings

Torch					
Torch H	0.3 mm	Torch V	0.0 mm		

EM

Discriminator	3.9 mV	Analog HV	2193 V	Pulse HV	929 V
---------------	--------	-----------	--------	----------	-------

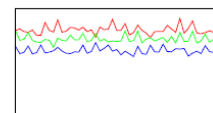
[He]

Sensitivity

3 of 5

2/10/2021 12:11 PM

Tune Check Report



Sampling Period [sec] 0.31
 Integration Time [sec] 0.1

Mass	Range	Count	Resp [cps/(ug/l)]	Resp (Required) [cps/(ug/l)]	Resp (Flag)
59	5000	4053	40628.11	28000.00	
89	5000	3624			
205	20000	12344			

Mass	Resp Ratio	Resp Ratio (Required)	Resp Ratio (Flag)
59	-	-	-
89	-	-	-
205	-	-	-

Mass	RSD%	RSD% (Required)	RSD% (Flag)
59	5.091	15.000	
89	4.856		
205	5.325		

Mass	Background	Background (Required)	Background (Flag)
59			
89			
205			

Tune Parameters

Plasma Parameters

Plasma Mode	---	Nebulizer Gas	0.80 L/min	Makeup Gas	0.30 L/min
RF Power	1560 W	Option Gas	---	Auxiliary Gas	0.90 L/min
RF Matching	1.10 V	Nebulizer Pump	0.10 rps	Plasma Gas	15.0 L/min
Sample Depth	9.0 mm	S/C Temp	2 °C		

Lens Parameters

Extract 1	0.0 V	Omega Lens	9.9 V	Deflect	0.4 V
Extract 2	-215.0 V	Cell Entrance	-40 V	Plate Bias	-55 V
Omega Bias	-80 V	Cell Exit	-60 V		

Cell Parameters

Use Gas	Yes	3rd Gas Flow	---	Energy Discrimination	5.0 V
He Flow	4.3 mL/min	OxP Bias	-18.0 V		
H2 Flow	0.0 mL/min	OxP RF	200 V		

QP Parameters

Mass Gain	126	Axis Gain	0.9999	QP Bias	-13.0 V
Mass Offset	124	Axis Offset	0.00		

Hardware Settings

Torch					
Torch H	0.3 mm	Torch V	0.0 mm		

4 of 5

2/10/2021 12:11 PM

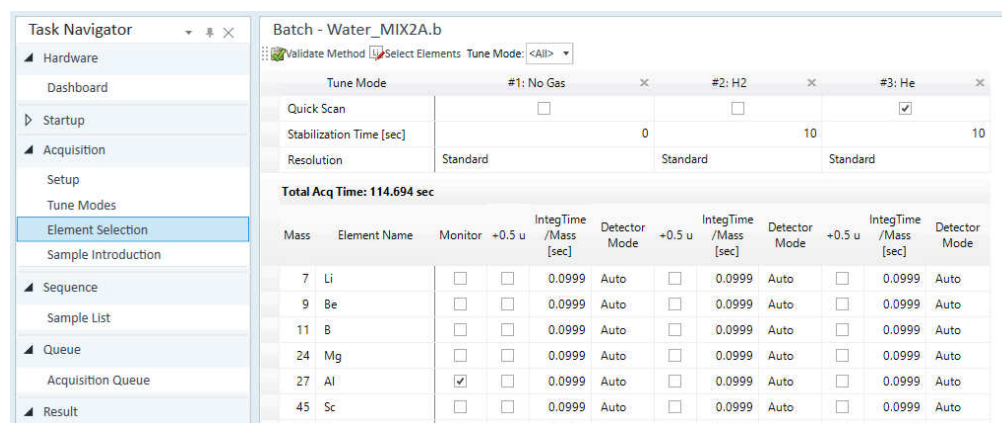


6.1.3 Acquisition: Element selection แบบ Full Quatitive

○ เข้าหน้า Task Navigator: Acquisition, Element selection เข้าหน้า แก้ไข Acq Parameters

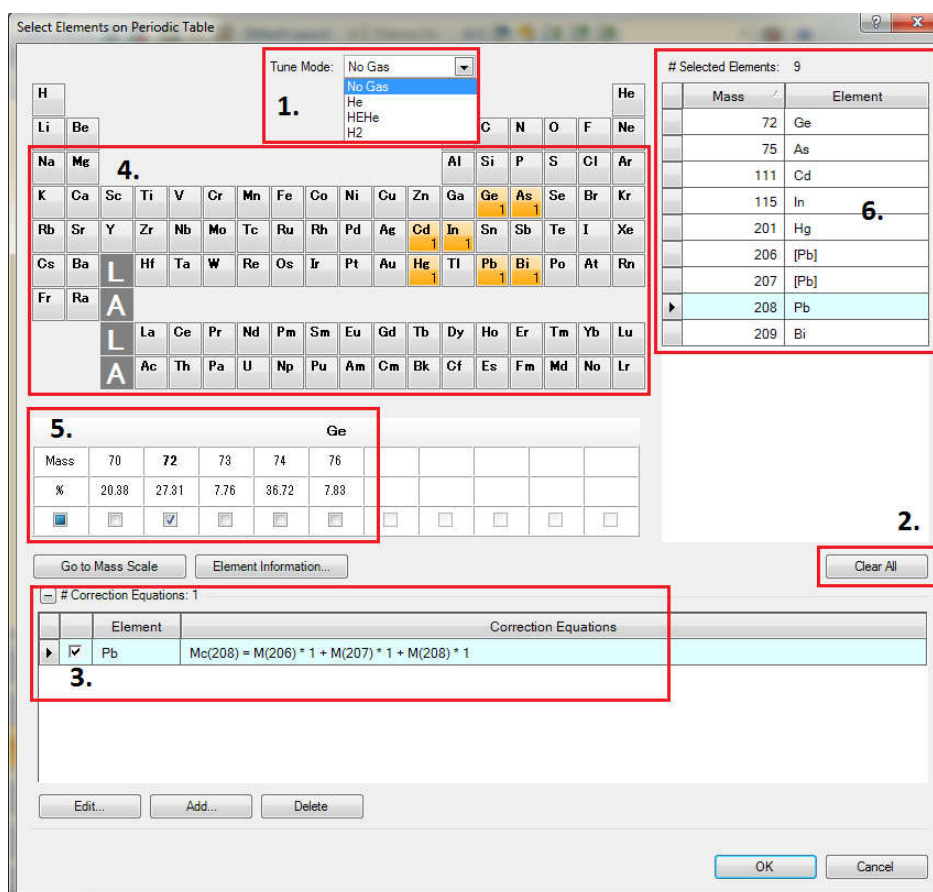
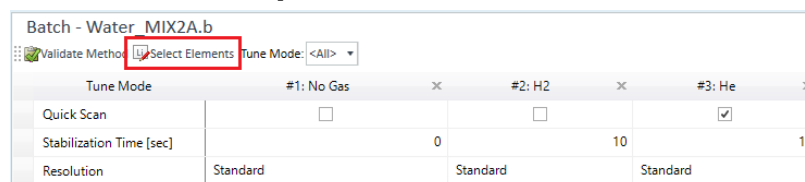
○ เพื่อทำการลบ tune mode: ที่ไม่ได้ใช้งานออกไป

เพื่อลดเวลาในการเก็บข้อมูล ในบางครั้งที่ไม่จำเป็นต้องได้ค่าที่ละเอียด สามารถใช้ Helium mode กับการวัดธาตุทุกธาตุ ได้โดยใช้เวลานั้น



○ ตั้งค่า Spectrum Acquisition Parameter

○ เลือก Select Elements จะเข้าสู่หน้า Periodic Table



Step 1. เปลี่ยนหน้า Periodic Table ตาม Tune mode ที่จะวัด เช่นถ้าจะเริ่มทำการ set parameter ของ Nogas ให้เปิดหน้า Nogas ไว้ แล้วทำ Step 2 ต่อ

Step 2. เคลียร์ตาราง กดปุ่ม Clear All (ถ้าต้องการ)

Step 3. Interference Equation สามารถเพิ่มลดได้ ก่อนออกจากตาราง mass ถ้าต้องการใช้ Interference equation

Interference Equation

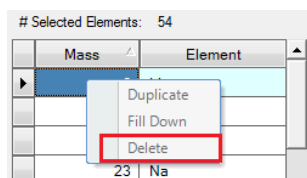
ใส่ Mass Interference ตามต้องการ โดยกด Edit แล้วใส่ Equation หรือ สามารถเลือก Standard

Interference Equation ได้จาก drop down menu เช่น EPA200_8 สำหรับ Mass 51, 75, 98 etc.

- ICP-MS ที่ใช้ Nogas mode โดยทั่วไปแนะนำให้เลือก ENVNOORS (ย่อมาจาก environmental no ORS) ซึ่งการใช้ interference equation มีความสำคัญมาก คือ ก่อนทำการทดสอบจำเป็นต้องทราบว่าระบบการทดสอบมี interference อะไร ต้องเลือกให้เหมาะกับชนิดวิธีอ้างอิงที่ใช้ทดสอบ
- ICP-MS ที่มีระบบ ORS ด้วย helium และ hydrogen หรือ helium เท่านั้น) โดยทั่วไปแนะนำให้เลือก ENVORS (ย่อมาจาก environmental with ORS)

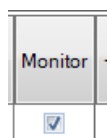
Step 4. คลิกที่ธาตุที่ต้องการวัด หรือ คลิกขวาเพื่อลบธาตุที่เลือกไว้แล้ว เช่น เลือก Mass ของ ions ที่ต้องการวิเคราะห์ เช่น As 75, Cd 101, Hg 202, Pb 208 รวมถึง Mass ของ ions ที่ใช้เป็น internal standard (ISTD) ที่เลือกใช้ โดยสามารถกำหนดจาก Periodic Table หรือ Mass Scale ก็ได้ เปลี่ยน หรือ เพิ่ม isotope ของธาตุที่จะวัด

Step 5. Isotope ของธาตุทั้งหมดจะแสดงในตาราง เข้าไปตรวจสอบมวลของธาตุให้ถูกต้อง ถ้าไม่ถูกต้องตามต้องการให้ทำการแก้ไข



Step 6. แก้ไข ค่า stabilization time ระหว่าง step ของ Tune mode (5-10 sec)

	Tune Mode		No Gas			He		HEHe		H2	
	Quick Scan		☐			☒		☐		☐	
	Independent P/A Factors		☐			☐		☒		☐	
	Stabilization Time [sec]		0			10		10		15	
	Resolution		Standard			Standard		Standard		Standard	
	Mass	Element Name	Monitor	+0.5 u	IntegTime /Mass [sec]	+0.5 u	IntegTime /Mass [sec]	+0.5 u	IntegTime /Mass [sec]	+0.5 u	IntegTime /Mass [sec]
	72	Ge	☒	☐	0.09	☐	0.99	☐	0.99	☐	0.99
	75	As	☐	☐	0.09	☐	1.50	☐	1.50	☐	1.50
▶	111	Cd	☒	☐	0.09	☐	N/A	☐	N/A	☐	N/A
	115	In	☒	☐	0.09	☐	0.99	☐	0.99	☐	0.99
	201	Hg	☐	☐	3.00	☐	N/A	☐	N/A	☐	N/A
	206	[Pb]	☐	☐	0.09	☐	N/A	☐	N/A	☐	N/A
	207	[Pb]	☐	☐	0.09	☐	N/A	☐	N/A	☐	N/A
	208	Pb	☒	☐	0.09	☐	N/A	☐	N/A	☐	N/A
	209	Bi	☒	☐	0.09	☐	N/A	☐	N/A	☐	N/A



สามารถเลือก Prerun monitor เมื่อดูความ stable ของ signal ก่อนทำการเก็บข้อมูลได้ ในกรณีที่
ไม่ได้ กำหนด peripump program ซึ่งสามารถกำหนดดูแนวโน้มของ mass ที่ต้องการตรวจวัดได้
โดยการตั้งค่าที่ configure prerun monitor แต่ในกรณีที่กำหนด peripump program เครื่องจะ
flush ตัวอย่างและ stabilize signal ตามโปรแกรมที่กำหนด

Step 7 ใส่ค่า Integration time ที่จะวัดปกติ ถ้าความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่างสูงให้ตั้งค่าต่ำ เพื่อเพิ่มอายุ
detector แต่ถ้าความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่างต่ำจะตั้งค่าไว้สูง เพื่อเพิ่ม sensitivity ในการวัด มีเกณฑ์ใน
ตั้งค่าดังนี้

ความเข้มข้นธาตุในสารตัวอย่าง	ค่า Counts	Integrate time	Detector mode
> 10 ppb	0 – 500 kcps	~ 0.1 sec/mass	Pulse
> 100 ppt (>0.1 ppb)	500 – 1 Mcps	~ 1 sec/mass	Pulse
< 100 ppt (<0.1 ppb)	1 Mcps – 4 Gcps	~ 10 sec/mass	Analog

Step 8 กดปุ่ม Validate Method ตรวจสอบการตั้งค่าไว้ไม่มี error ใดๆ ตรวจสอบ error จากหน้าต่าง Method
Error List สามารถดับเบิลคลิกที่ Error Message เพื่อทำการแก้ไข

Batch - Water_MIX2A.b

Validate Method

Method Error List

Category	Message
Rinse Port has not been specified into Probe Rinse (Sample).	
Rinse Port has not been specified into Probe Rinse (Std).	

6.1.3 Acquisition: Sample introduction

- เพื่อทำการตั้ง Peristaltic Pump Program ถ้ามี Autosample จะมีคำสั่งส่วนนี้ขึ้นมาให้เซตด้วย เวลาที่ใช้ขึ้นอยู่กับความยาวและขนาด tube ID ของสาย Before Acquisition เป็นการเซตค่าตัวแปรก่อน run สารที่ต้องการวิเคราะห์ เช่น Uptake speed เป็นความเร็วของ pump ในการส่งตัวอย่างเข้า ICP-MS ปกติ 0.3 rps เวลา 30-45 วินาที และ Stabilization time ประมาณ 20-25 วินาที
- After Acquisition (Probe Rinse) เป็นการล้างเข็มของ Autosample ด้านนอก ปกติความเร็วประมาณ 0.3 rps, 30 วินาที
- After Acquisition (rinse bottle) เป็นการล้างเข็มของ Autosample ด้านในต้องบอกตำแหน่งของขวดล้าง (rinse bottle) ปกติ rinse bottle เท่ากับ 1, ความเร็ว 0.3 rps นาน 30-50 วินาที

The screenshot shows the 'Batch - Water_MIX2A.b' window. On the left is the 'Task Navigator' with a tree view containing: Hardware, Dashboard, Startup, Acquisition (selected), Setup, Tune Modes, Element Selection, Sample Introduction, Sequence, Sample List, Queue, Acquisition Queue, and Result. The 'Acquisition' section is expanded, showing a table with columns: Time [sec], Speed [rps] Nebulizer Pump, and Vial#. The table is divided into 'Pre Run', 'Acquisition', and 'Post Run' sections. Below the table, there are checkboxes for 'Intelligent Rinse' and 'Preemptive Rinse'. The 'Preemptive Rinse' section includes a checkbox and a text field for 'Start rinse before acquisition complete:' set to 50 sec, and another checkbox for 'Move to the next rinse step at acquisition complete'.

	Time [sec]	Speed [rps] Nebulizer Pump	Vial#
Pre Run			
Sample Uptake	45	0.30	Sample
Stabilize	20	Tune Parameter	Sample
Acquisition			
Speed		Tune Parameter	Sample
Post Run			
Probe Rinse (Sample)	50	0.30	Rinse Port
Probe Rinse (Std)	50		Rinse Port
Rinse 1	30	0.30	<Manual>
Probe Rinse 1			Rinse Port
Rinse 2	30	0.30	<Manual>
Probe Rinse 2			Rinse Port
Rinse 3			<Manual>

Option ที่จำเป็นต้องเซต ได้แก่

- ✓ Tune Vial: ตำแหน่งที่ใส่วาง tune solution vial
- ✓ Preemptive rinse: การ setup preemptive rinse time จะ setup เวลานั้นน้อยกว่า ค่า Acquisition time รวม (ดูหน้า element selection)
- ✓ ในกรณีที่ลูกค้ามีอุปกรณ์ ISIS3 program จะมีการเปลี่ยนแปลงไป Sample introduction: ISIS Discrete Sampling การเซตอัปโปรแกรมจะซับซ้อนกว่าเดิม เนื่องจากมีการควบคุมรอบการทำงานของ sample pump และ ตำแหน่ง ISIS valve ด้วย

The screenshot shows the 'Batch - Water_MIX2A.b' window with 'Sample Introduction' set to 'ISIS Discrete Sampling'. The 'Sample Acquisition' table is expanded, showing columns: Time [sec], Speed [rps] Nebulizer Pump, Speed [%] ISIS Uptake Pump, Vial#, and Valve. The table is divided into 'Common', 'Pre Run', 'Acquisition', and 'Post Run' sections. To the right, the 'Auto tune' section is visible, showing a table with columns: Time [sec], Speed [rps] Nebulizer Pump, and Tune/STD Valve. The 'Auto tune' table is divided into 'Pre Run', 'Acquisition', and 'Post Run' sections.

	Time [sec]	Speed [rps] Nebulizer Pump	Speed [%] ISIS Uptake Pump	Vial#	Valve
Common					
Carrier Speed					
Pre Run					
Sample Load	20	Tune Parameter	20	Sample	Load
Stabilize	15	Tune Parameter	5	Rinse Port	Inject
Acquisition					
Probe Rinse (Sample)	25	Tune Parameter	30	Rinse Port	Inject
Probe Rinse (Std)	25			Rinse Port	Inject
Rinse 1		Tune Parameter	30	<Manual>	Inject
Probe Rinse 1	25			Rinse Port	Inject
Rinse 2	15	Tune Parameter	30	<Manual>	Inject
Probe Rinse 2				Rinse Port	Inject
Rinse 3		Tune Parameter		<Manual>	Inject
Probe Rinse 3				Rinse Port	Inject
Post Run					

	Time [sec]	Speed [rps] Nebulizer Pump	Tune/STD Valve
Pre Run			
Sample Uptake	120	0.30	Tune
Stabilize	20	Tune Parameter	Tune
Acquisition			
Speed		Tune Parameter	Tune
Post Run			
Uptake	12	0.30	STD
Stabilize	20	0.10	STD

6.2 การทำ Semi-Quantitative Analysis

เป็นการ Scan หาปริมาณ ความเข้มข้นของ Ion ในสารตัวอย่าง ว่ามีธาตุอะไรบ้างอยู่บ้าง และมีปริมาณอยู่มากน้อยเท่าไร
แบบคร่าวๆ โดยคำนวณจาก response factor ของเครื่องมือที่ใช้ มีหน่วยเป็น (CPS/contration) เมื่อสารละลายมาตรฐาน
ที่ทราบค่า เป็นตัวปรับจูน sensitivity calibration ในขณะนั้น

สามารถเลือกการเก็บข้อมูลได้ 2 แบบ คือ

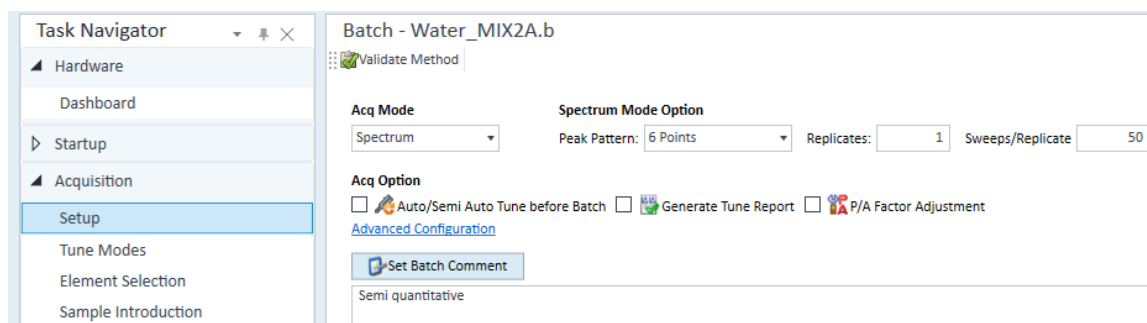
- ✓ Quick Scan เป็น option มาตรฐานสำหรับการเก็บข้อมูลทั่วไป เป็นการ Scan แบบหยาบๆ สามารถดึงข้อมูลเพื่อใช้ในการคำนวณผลได้ตลอดเวลา สามารถเลือกเก็บข้อมูลด้วย He หรือ Nogas mode (ให้ default เป็น He จะให้ข้อมูลที่ถูกต้องกว่า)

สำหรับโปรแกรม Masshunter 4.3- 5.1จะมีรูปแบบการเก็บข้อมูลแบบ Quick scan ทุกครั้งที่เก็บตัวอย่างแบบ FullQ ดังนั้นสามารถดึงข้อมูลมาทำการประมวลผลแบบ Semi-quantitative ได้ตลอดเวลา

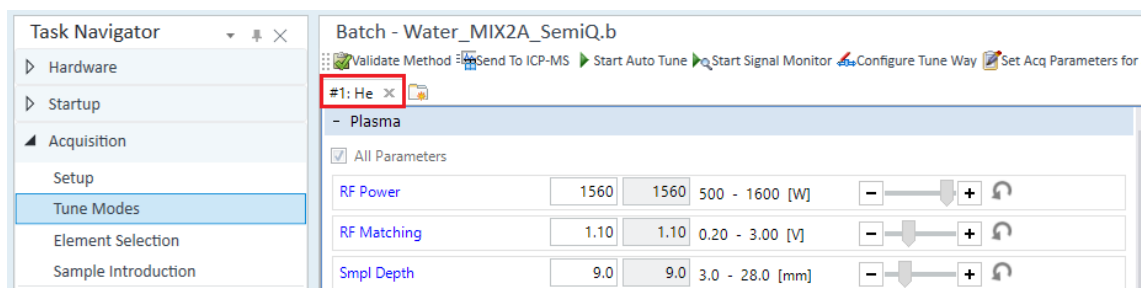
- ✓ Semi Quantitative Spectrum (Semi-Q) เป็น Method การเก็บข้อมูลแบบละเอียดในรูปแบบ Spectrum เลือก Full Mass Scan ใช้ Peak Pattern แบบ Semi quant 6 จุด ใช้ Integration time เท่ากับ 0.1 วินาทีต่อจุด ใช้ Repetition เท่ากับ 1

6.2.1 Acquisition setup: Semi Quatitive

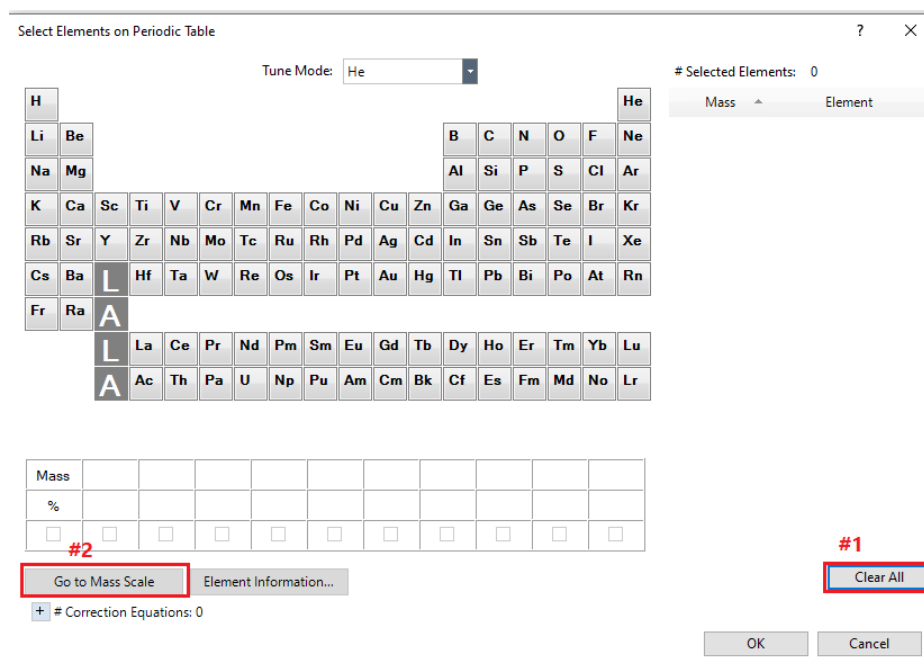
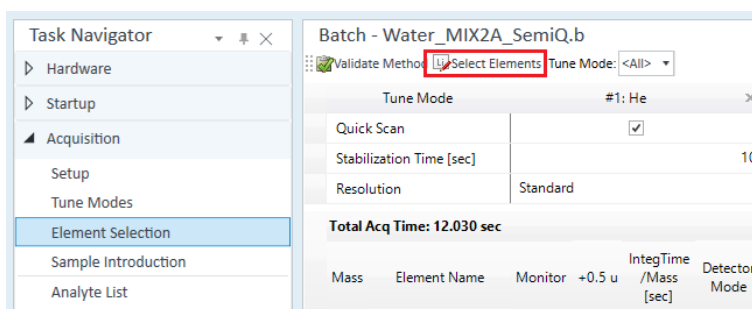
- เริ่มต้น สร้าง Batch ใหม่ เช่นเดียวกับการสร้าง batch ทั่วไป หรือ Open Batch Folder เก้าขึ้นมาแก้ไข
เข้าที่ File, Save batch as ให้ใช้ชื่อ "SEMI_Q.b"
- Task Navigator: Acquisition >> Setup
 - Acq Mode: Spectrum
 - Peak Pattern: 6 pions
 - Replicate: 1
 - Sweeps/Replicate: 50
 - Option อื่นๆ : Not selected

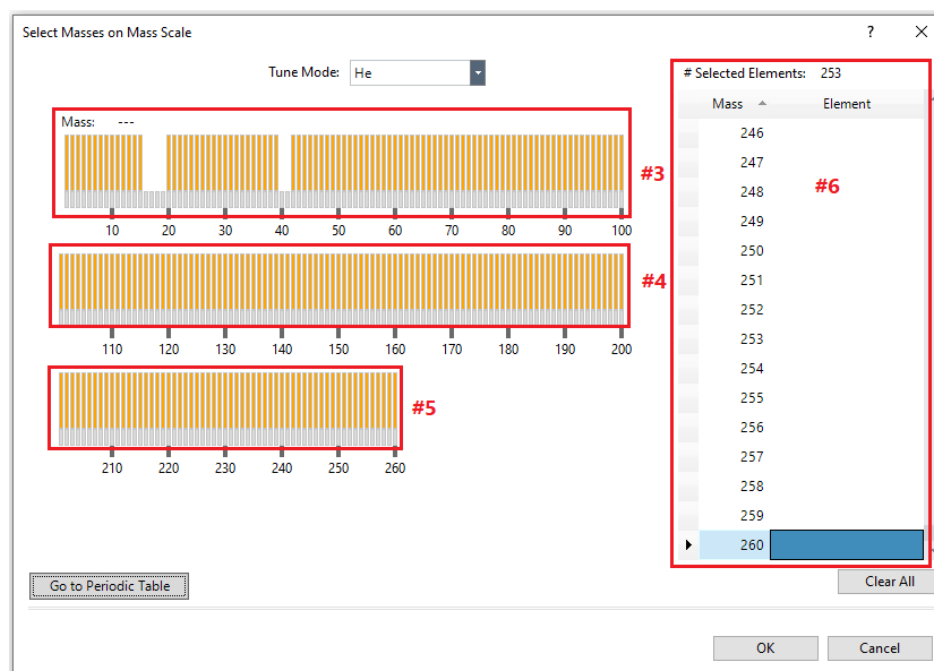


- Tune mode ลบ Tune mode อื่นๆหมด เหลือแต่ He เท่านั้น (อาจใช้ No Gas mode อย่างเดียวนั้น)



- เข้าหน้า Element selection เพื่อตั้งค่า Spectrum Acquisition Parameter
- เลือก Select Elements จะเข้าสู่หน้า Periodic Table





Step 1. กดปุ่ม Clear All เพื่อลบการ set ค่าต่างๆ ที่มีการเลือกไว้ก่อนหน้านี้ทั้งหมด (ถ้าต้องการ)

Step 2. เปลี่ยนหน้าจจาก Periodic Table เป็น Mass Scale

ตาม Tune mode จะแสดงเพียงหน้า He mode หรือ Nogas mode ที่ได้เลือกไว้ก่อนหน้านี้

Step 3-5. Double click ที่ Mass scale จะแสดง bar ขึ้นมาแสดงว่า mass ได้ถูกเลือกไว้แล้ว

ชุดที่ 1 (2-100 amu)

ชุดที่ 2 (101-200 amu)

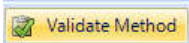
ชุดที่ 3 (201-260 amu)

บาง mass อาจไม่สามารถเลือกได้ เนื่องการเป็น prohibit mass ที่เลือกไม่ได้เนื่องจาก background สูง อาจทำให้ EM saturated หรือ over current ได้

Step 6. สามารถทำการตรวจสอบ mass ที่ได้รับการเลือกแล้วจากตารางด้านขวา และสามารถตั้งชื่อ mass นั้นได้ เลือก OK เพื่อทำการยืนยันการตั้งค่าทั้งหมด

Step 7. Isotope ของธาตุทั้งหมดจะแสดงในตาราง เข้าไปตรวจสอบมวลของธาตุให้ถูกต้อง ถ้าไม่ถูกต้องตามต้องการให้ทำการแก้ไข แก้ไข

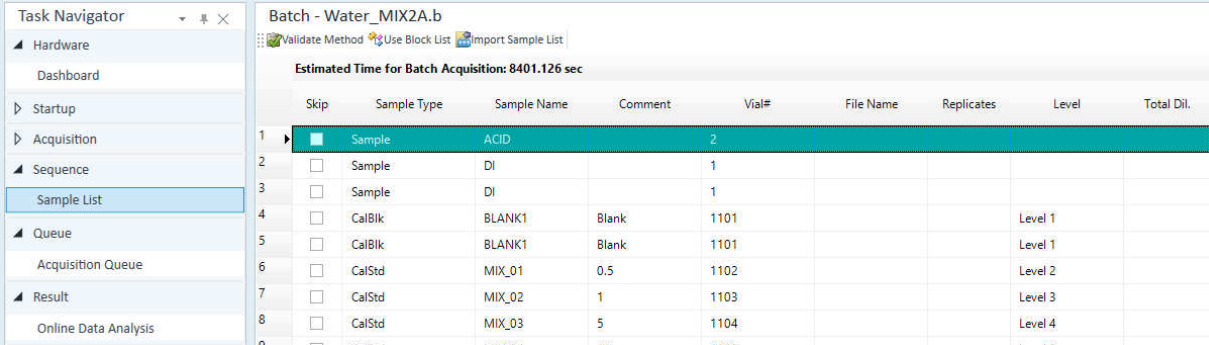
- ค่า stabilization time ระหว่าง step ของ Tune mode เวลา 5 sec
- ใสค่า Integration time ทุกตัว เท่ากับ 0.12

Step 8 กดปุ่ม Validate Method  ตรวจสอบการตั้งค่าไว้ไม่มี error ใดๆ ตรวจสอบ error จากหน้าต่าง Method Error List สามารถดับเบิลคลิกที่ Error Message เพื่อทำการแก้ไข

7 Execute queue การเก็บข้อมูลการวิเคราะห์

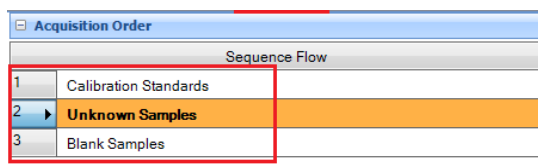
การส่งให้เครื่อง ICP-MS ทำการวิเคราะห์สารที่ต้องการวิเคราะห์ การทำ Sequence Run

การทำ Sequence Run เป็นใช้คู่กับเครื่อง Autosample ซึ่งจะส่งตัวอย่างเข้า ICP-MS อัตโนมัติ



Skip	Sample Type	Sample Name	Comment	Vial#	File Name	Replicates	Level	Total Dil.
☒	Sample	ACID		2				
☐	Sample	DI		1				
☐	Sample	DI		1				
☐	CalBlk	BLANK1	Blank	1101			Level 1	
☐	CalBlk	BLANK1	Blank	1101			Level 1	
☐	CalStd	MIX_01	0.5	1102			Level 2	
☐	CalStd	MIX_02	1	1103			Level 3	
☐	CalStd	MIX_03	5	1104			Level 4	
☐	CalStd	MIX_04	10	1105			Level 5	

1. เปิดหน้า Task Navigator: Sequence, กด Sample list เพื่อทำการ sample log table
2. ทำการเลือก ใส่ลำดับการวัดข้อมูลชนิดของ Calibration standard, Unknown sample, หรือ Blank sample ได้ หรือจะใส่ในหน้า Unknown Samples อย่างเดียวก็นได้



Acquisition Order	
Sequence Flow	
1	Calibration Standards
2	Unknown Samples
3	Blank Samples

3. ระบุนิคมของสาร (Type) ว่าเป็นแบบไหน เช่น Sample สารตัวอย่าง, สารมาตรฐานที่ใช้ใน Calibration Curve (CalStd), Calibration Blank (CalBlk), Full Qualification Blank (FQBlk), Semi-Q Blank (SQBlk)
4. ใส่ตำแหน่งวางขวด (Vial No.) กรณีใช้ Autosample ชนิด I-AS, Vial No.1 ให้ใส่ 1001, Vial No.2 ให้ใส่ 1002,..... หรือ กรณีใช้ Autosample ชนิด ASX-520, Vial No.1 ให้ใส่ 1101, Vial No.2 ให้ใส่ 1102,.....
5. ตั้งชื่อ Data File ที่ต้องการจะบันทึก ถ้าไม่ใส่เครื่องจะสร้างให้เองอัตโนมัติตามตำแหน่ง Vial ที่วาง
6. ใส่ Sample Information และ Comment information
7. ใส่ น้ำหนัก ปริมาตร Dilution multiplier ของตัวอย่างที่วัด โดยโปรแกรมจะทำการคำนวณ Dilution factor โดยอัตโนมัติ หรือ Level ใน Calibration Curve ของสารมาตรฐาน

Batch - Water_MIX2A.b

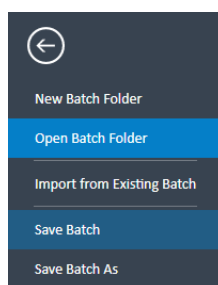
Validate Method Use Block List Import Sample List

Estimated Time for Batch Acquisition: 8401.126 sec

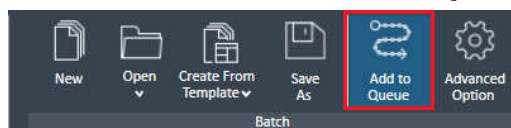
	Skip	Sample Type	Sample Name	Comment	Vial#	File Name	Replicates	Level	Total Dil.
1	☒	Sample	ACID		2				
2	☐	Sample	DI		1				
3	☐	Sample	DI		1				
4	☐	CalBlk	BLANK1	Blank	1101			Level 1	
5	☐	CalBlk	BLANK1	Blank	1101			Level 1	
6	☐	CalStd	MIX_01	0.5	1102			Level 2	
7	☐	CalStd	MIX_02	1	1103			Level 3	
8	☐	CalStd	MIX_03	5	1104			Level 4	
9	☐	CalStd	MIX_04	10	1105			Level 5	
10	☐	CalStd	MIX_05	15	1106			Level 6	
11	☐	CalStd	MIX_06	20	1107			Level 7	
12	☐	CalStd	MIX_07	25	1201			Level 8	
13	☐	CalStd	MIX_08	40	1202			Level 9	
14	☐	CalStd	MIX_09	60	1203			Level 10	
15	☐	CalStd	MIX_10	80	1204			Level 11	
16	☐	CalStd	MIX_11	100	1205			Level 11	
17	☐	Sample	ACID		2				
18	☐	Sample	DI		1				
19	☐	Sample	PT-05182	10X	1207				
20	☐	Sample	PT-05182	10X	1207				
21	☐	Sample	PT-05182		1206				
22	☐	Sample	PT-05182		1206				
23	☐	Sample	ACID		2				
24	☐	Sample	DI		1				
25	☐	Sample	PT-05182	Add 10 ppb	1301				

○ เมื่อทำการสร้าง Sample list เสร็จ ให้ save batch อีกรอบ

File >> Save Batch

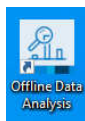


○ กด Add to Queue โปรแกรมเริ่มทำการเก็บข้อมูล

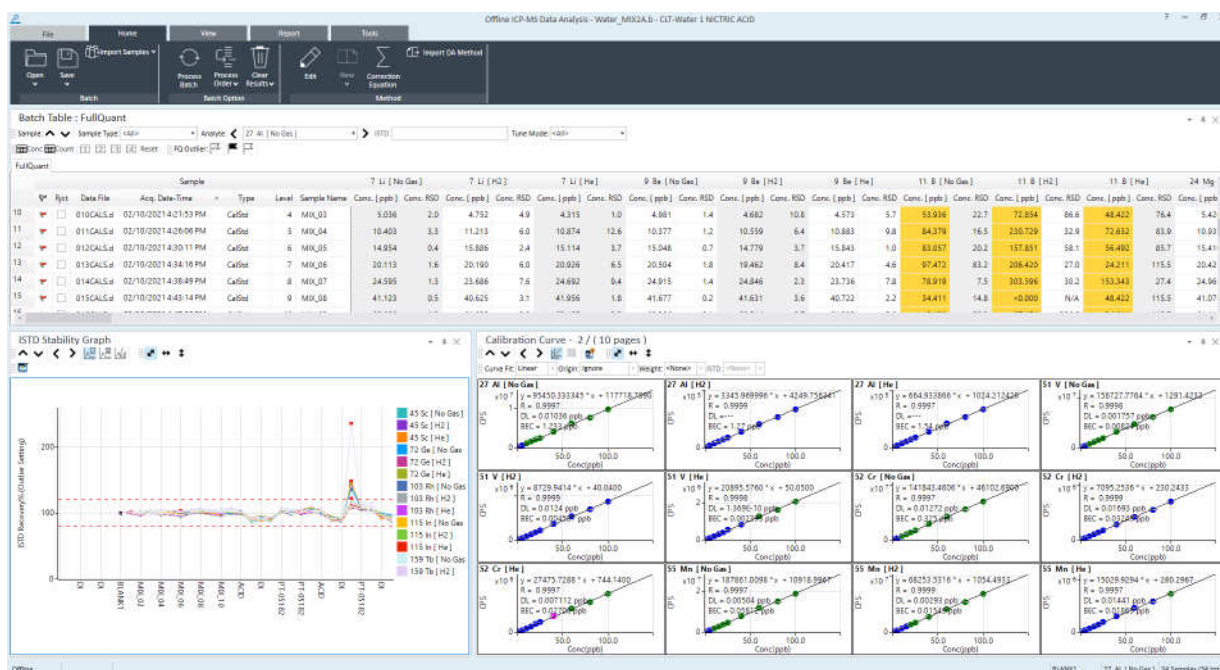


8 Check Analysis Results การจัดการข้อมูล Data Analysis

การจัดการข้อมูลทำได้โดย Software ของหน้าต่าง online data analysis เมื่อเริ่มทำการเก็บข้อมูลโดยอัตโนมัติ หรือ Icon Offline Data Analysis บนหน้า desktop ของ windows เมื่อทำการเก็บข้อมูลเสร็จสิ้นแล้ว หรือต้องการดูหรือแก้ไขข้อมูลเก่า



หน้าจอ Offline Data analysis จะปรากฏหน้าต่างด้านล่าง ซึ่งเป็นหน้าจอเมื่อทำการวิเคราะห์แบบ Qualitative analysis



ที่จะแบ่งหน้าจอเป็นส่วนต่าง ได้แก่

Batch Table Pane ใช้สำหรับแสดงความเข้มข้น และค่า counts ของธาตุต่าง ในตัวอย่างที่ได้ทำการวัด ความเข้มข้น และค่า counts ของธาตุต่าง จะถูกเปรียบเทียบกับ เกณฑ์ที่ได้ตั้งค่าในการทดสอบเอาไว้ก่อนหน้านี้ โดยจะแสดงความผิดปกติ นอกเหนือจากเกณฑ์ ค่าดังกล่าว (เรียกว่า outlier) จะถูกระบายด้วยแท่งสีต่างๆ เรียงลำดับตามแถวที่กำหนด ตัวเวลาที่วัด เรียงธาตุตามตัวอักษร หรือ ปรับเรียงหัวข้อที่ต้องการแสดง เป็นต้น

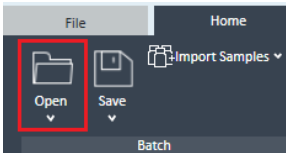
Spectrum Pane ที่ประกอบด้วยหน้าต่าง 3 ชนิด ที่สามารถปรับเปลี่ยนได้โดยกดปุ่ม 3 ปุ่มนี้กลับไปมา

- ISTD ในการตรวจสอบ stability ของ internal standard โดยจะแสดงในรูปของกราฟ ของค่า %count ของ ISTD แต่ละตัว เมื่อทำการวัดแต่ละโหมด คือ nogas.u, he.u, h2.u เป็นต้น อาจใช้ดูผลการทบทต่างๆ ที่ทำให้การทดลองคลาดเคลื่อนไป
- QC ในการตรวจสอบ stability ของ QC1, 2, 3 โดยจะแสดงในรูปของกราฟ เพื่อดูการกระจายตัวของ QC ต่างๆ ระหว่างการวัดตัวอย่าง

- Spectrum ใช้แสดง mass spectrum ขยาย-ย่อ เพื่อใช้ดูรายละเอียด

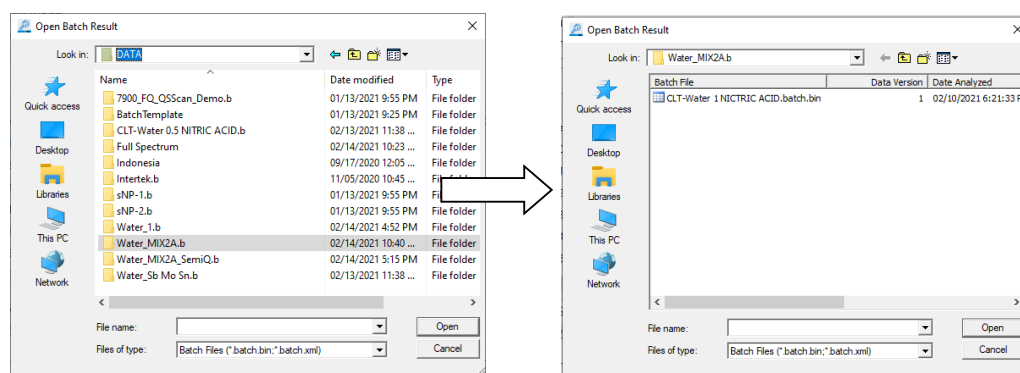
Calibration curve ตรวจสอบ calibration curve ของแต่ละธาตุในตัวอย่าง แก้ไขความเข้มข้น ระดับความเข้มข้น ชนิดของการทำ calibration เช่น external หรือ standard addition โดยใช้ หรือไม่ใช่ internal standard (ISTD)

8.1 การเรียกเพิ่มข้อมูล และการประมวลผลแบบ Full Quantitative Analysis

8.1.1  Open batch file ที่ถูกเก็บข้อมูลไว้ออกมา

8.1.2 ดับเบิลคลิกที่ Batch file Folder เช่น Water_MIX2A.b ที่ต้องการโหลด ใน Batch

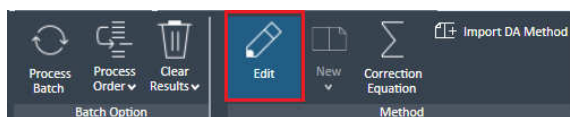
Load Data Analysis file ให้เลือก เช่น Water_MIX2A.batch.xml ให้สังเกตที่นามสกุลของ file, กด Open



8.1.3. Full Quant windows พบแต่ข้อมูลดิบต่างๆ Data file, Acq. Date, Type, Level, Sample name ที่ได้ตั้งค่าไว้ในขั้นตอนการสร้าง batch และ Acq. Method แต่จะยังไม่มีการประมวลผลทางปริมาณใดๆ

FullQuant						
	Rjct	Sample				
		Data File	Acq. Date-Time	Type	Level	Sample Name
1	☐	001SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 8:30:00 PM	CalBlk	1	Major 0/10
2	☐	002SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 8:37:00 PM	CalStd	2	Trace 2/10 new
3	☐	003SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 8:44:00 PM	CalStd	3	Trace 5/10 new
4	☐	004SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 8:52:00 PM	CalStd	4	Trace 10/10 new
5	☐	005SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 8:59:00 PM	Sample		Major 0/10
6	☐	006SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:06:00 PM	Sample		BLK-1 x5
7	☐	007SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:14:00 PM	Sample		BLK-2 x5
8	☐	008SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:21:00 PM	Sample		A-1 x5
9	☐	009SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:28:00 PM	Sample		A-2 x5
10	☐	010SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:36:00 PM	Sample		W-1 x5
11	☐	011SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:43:00 PM	Sample		W-2 x5
12	☐	012SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:51:00 PM	Sample		Major 0/10
13	☐	013SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 9:58:00 PM	Sample		Trace 2/10 new
14	☐	014SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 10:05:00 PM	Sample		Trace 5/10 new
15	☐	015SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	10-Jun-05 10:13:00 PM	Sample		Trace 10/10 new

8.1.4 เริ่มสร้าง DA methods หรือ Data Analysis methods หรือ รูปแบบการประมวลผล



กดปุ่ม Edit จะปรากฏ Task bar ดังรูปให้เริ่มทำตาม Step จาก 1-5

Step 1: กรณีที่มีต้นแบบเก่า หรือ batch file ก่อนหน้านี้ สามารถเลือก

- Reset: ทำการล้าง DA method ที่สร้างไว้ก่อนหน้านี้ทั้งหมด
- Import DA Method Only
- Import Method + STD file
- Import Batch จาก ICPMS Chemstation software

Load/Import ข้อมูล DA method หรือ/และ Standard file เก่ามาใช้กับ batch ปัจจุบัน

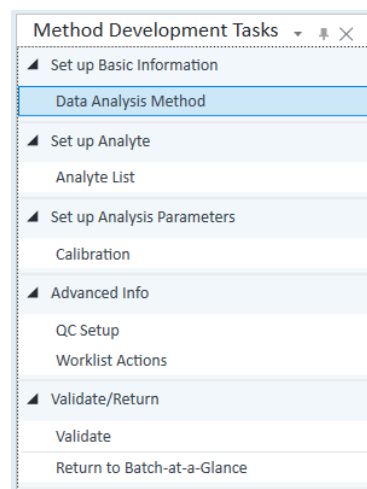
Step 2: ทำการแบบของการประมวลผล ได้แก่ Full-Q, Semi-Q, Isotope Ratio, Isotope Dilution

Step 3: Load elements ที่เก็บข้อมูลไว้ สามารถเลือกแสดงหรือไม่แสดงที่ step นี้ กำหนดชนิดของธาตุว่าเป็น Analyte หรือ ISTD

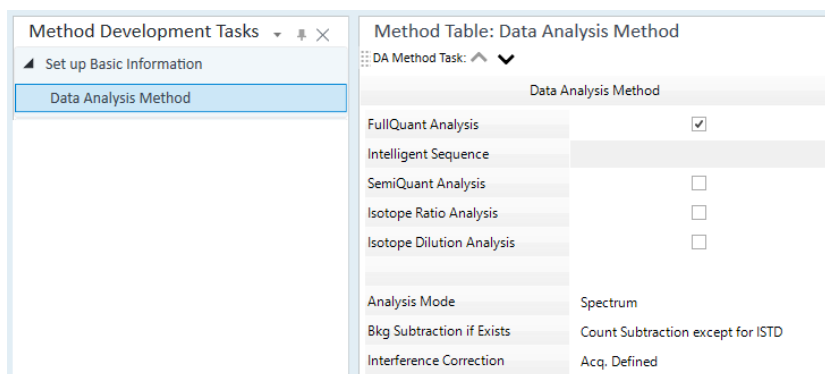
Step 4: สามารถ calibration curve, กำหนดความเข้มข้นของธาตุ elements, QC sample แต่ละระดับความเข้มข้น หน่วย รูปแบบการ fit curve เป็นต้น

Advance Info: กำหนดค่ากำหนด limit เกี่ยวกับระบบ QC ต่างๆ

Step 5: ตรวจสอบว่าค่าที่ตั้งค่าไว้ สมบูรณ์



8.1.5 เลือก Setup Basic information (Step 2) และ เลือกการประมวลผลแบบ FullQuant Analysis



8.1.6 เลือก Setup Analyst list (Step 3) และ ทำการ Load element list จาก Datafile.d หรือ Method.m หรือคลิกขวาที่ บริเวณหัวตาราง

Method Development Tasks ▾ ✕

Set up Basic Information

Data Analysis Method

Set up Analyte

Analyte List

Method Table: Analyte List

DA Method Task: ▾

Analyte			
	Tune Mode	Mass	Name
1	1: No Gas	7	Li
2	1: No Gas	9	Be
3	1: No Gas	24	Mg
4	1: No Gas	27	Al
5	1: No Gas	45	Sc

8.1.7 ใน Element list ให้ทำการบ่งชี้ว่า elements ที่ถูกวัดไว้เป็น Analyte หรือ Internal standard (ISTD)

Method Table: Analyte List

DA Method Task: ▾

Analyte			
	Tune Mode	Mass	Name
1	1: No Gas	7	Li
2	1: No Gas	9	Be
3	1: No Gas	24	Mg
4	1: No Gas	27	Al
5	1: No Gas	45	Sc
6	2: H2	45	Sc
7	3: He	45	Sc

8.1.8 เลือก Setup Analysis Parameters (Step 4) และทำการกรอกข้อมูลต่างๆให้ครบถ้วน ที่ Table ให้ใส่ความเข้มข้นของสารมาตรฐานให้ตรงกับ Level, ใส่หน่วยของสารมาตรฐาน, เลือกชนิดของ Calibration Curve ที่ต้องการ, ถ้ามี Internal Standard (ISTD) ให้บอกด้วยว่าใช้ ISTD ของธาตุชนิดไหน (Mass ที่เท่าไร) ให้ใส่ในช่อง IS

Method Development Tasks ▾ ✕

Set up Basic Information

Data Analysis Method

Set up Analyte

Analyte List

Set up Analysis Parameters

Calibration

Advanced Info

QC Setup

Worklist Actions

Validate/Return

Validate

Return to Batch-at-a-Glance

Method Table: Calibration

DA Method Task: ▴ ▾

Basic Calibration Parameters

Calibration TitleCalibration MethodEdit ISTD ConcWeightingVirtual ISTD Correction

External Calibration

Analyte

Tune ModeMassNameCurve FitOriginISTDMin Conc.UnitsOutlierLevel 1Level 2Level 3Level 4

103: He60NiLinearBlank offset450ppb0.0.515

113: He63CuLinearBlank offset450ppb0.0.515

121: No Gas66ZnLinearBlank offset450ppb0.0.515

131: No Gas71GaLinearBlank offset720ppb0.0.515

143: He75AsLinearBlank offset720ppb0.0.515

152: H278SeLinearBlank offset720ppb0.0.515

161: No Gas82SeLinearBlank offset720ppb0.0.515

171: No Gas85RbLinearBlank offset720ppb0.0.515

181: No Gas88SrLinearBlank offset720ppb0.0.515

191: No Gas95MoLinearBlank offset720ppb0.0.515

201: No Gas107AgLinearBlank offset<None>0ppb0.0.515

211: No Gas111CdLinearBlank offset450ppb0.0.515

221: No Gas133CsLinearBlank offset720ppb0.0.515

231: No Gas137BaLinearBlank offset1030ppb0.0.515

241: No Gas201ULinearBlank offset1151591752090ppb0.0.515

ISTD

Tune ModeMassNameUnitsOutlier

11: No Gas45Sc0

22: H245Sc0

33: He45Sc0

41: No Gas72Ge0

8.1.9 เลือก Advance Info กำหนดสเปกของระบบ QC Setup ที่ต้องการ

โดยถ้าผลการวิเคราะห์ห้อยนอก limits จะแสดงผลด้วยการ highlight เป็นสีต่างๆ เพื่อให้ไปทวนปัญหาที่เกิดขึ้นและทำการแก้ไข

Method Development Tasks		Method Table: FullQuant Outlier Setup			
Set up Basic Information		DA Method Task: Edit QC Level Caption			
Data Analysis Method		Method			
Set up Analyte		Outlier	Minimum Value	Maximum Value	Error Action
Analyte List		Calibration Curve Fit R	0.995		Ignore and Continue
Set up Analysis Parameters		Relative Standard Error %			Ignore and Continue
Calibration		Relative Error %			Ignore and Continue
Advanced Info		ISTD Recovery % [compared with CalBlk]	80	120	Ignore and Continue
QC Setup		Spike Recovery % [compared with SpikeRef]	80	120	Spike Ref Ignore and Continue
Worklist Actions		QC Sample Conc Stability % [use 'QC1' Sample]	90	120	QC1 Ignore and Continue
Validate/Return		QC Sample Conc Stability % [use 'QC2' Sample]	90	120	QC2 Ignore and Continue
Validate		QC Sample Conc Stability % [use 'QC3' Sample]	90	120	QC3 Ignore and Continue
Return to Batch-at-a-Glance		QC Sample Conc Stability % [use 'QC4' Sample]			QC4 Ignore and Continue
		QC Sample Conc Stability % [use 'QC5' Sample]			QC5 Ignore and Continue
		Count RSD %		5	>= 10000 cps Ignore and Continue
		Blank Conc Level % [use 'BlkVrfy' Sample]		100	BlkVrfy Ignore and Continue
		Out of Calibration Curve Concentration Range %		100	Ignore and Continue

8.1.10 Validate/Rerun (Step 5) คลิกที่ Validate เพื่อตรวจสอบความถูกต้อง

โปรแกรมจะตรวจสอบการตั้งค่า DA method ว่าครบถ้วนสมบูรณ์หรือไม่ โดยจะมี popup message box มายืนยัน

Method Development Tasks
Set up Basic Information
Data Analysis Method
Set up Analyte
Analyte List
Set up Analysis Parameters
Calibration
Advanced Info
QC Setup
Worklist Actions
Validate/Return
Validate
Return to Batch-at-a-Glance

Method Table: Work List Actions
DA Method Task:
Enabled
Custom Action
Export LIMS Data to Each Sample Folder

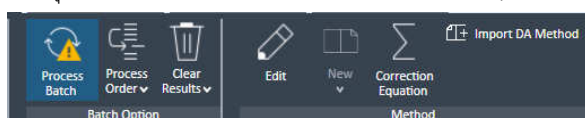
ICP-MS Data Analysis
Method validated. No errors or warnings found.
OK

8.1.11 กดปุ่มเสร็จสิ้นการ setup DA method กลับเข้าสู่หน้า Data analysis หน้าหลัก

Return to Batch-at-a-Glance

8.1.12 การวิเคราะห์ผลการวิเคราะห์หน้าหลัก ทุกครั้งที่มีการเปลี่ยน ค่า Parameter ต่างๆ ที่เกี่ยวกับการคำนวณ

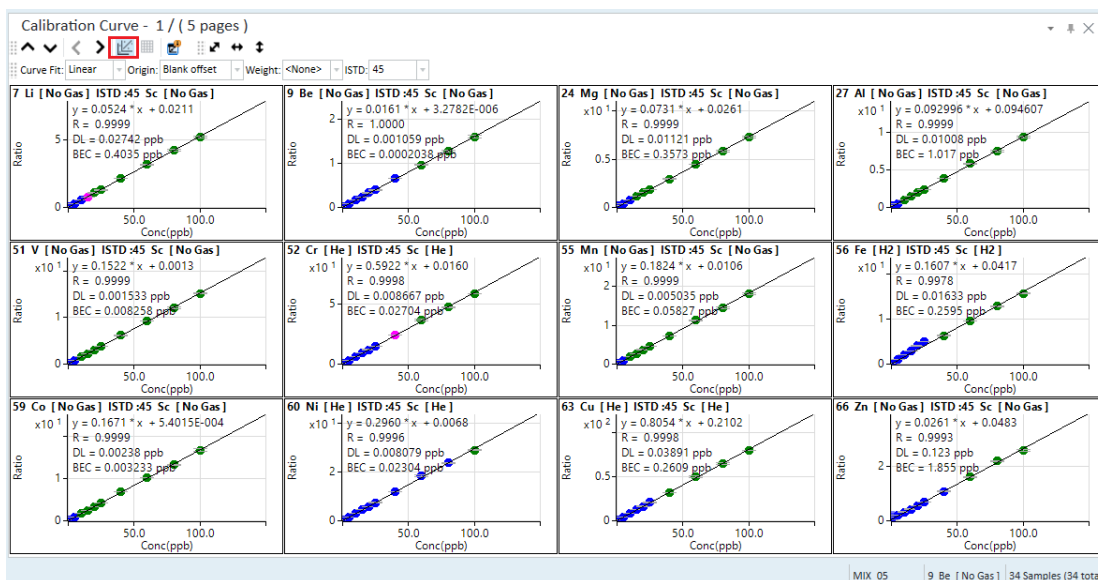
ปุ่ม Process data จะแดง เพื่อเตือนให้ทำการ reprocess ผลอีกครั้ง



8.1.13 Calibration Curve Editor สามารถดูแบบ Calibration Graph: Graph summary และ Graph Details

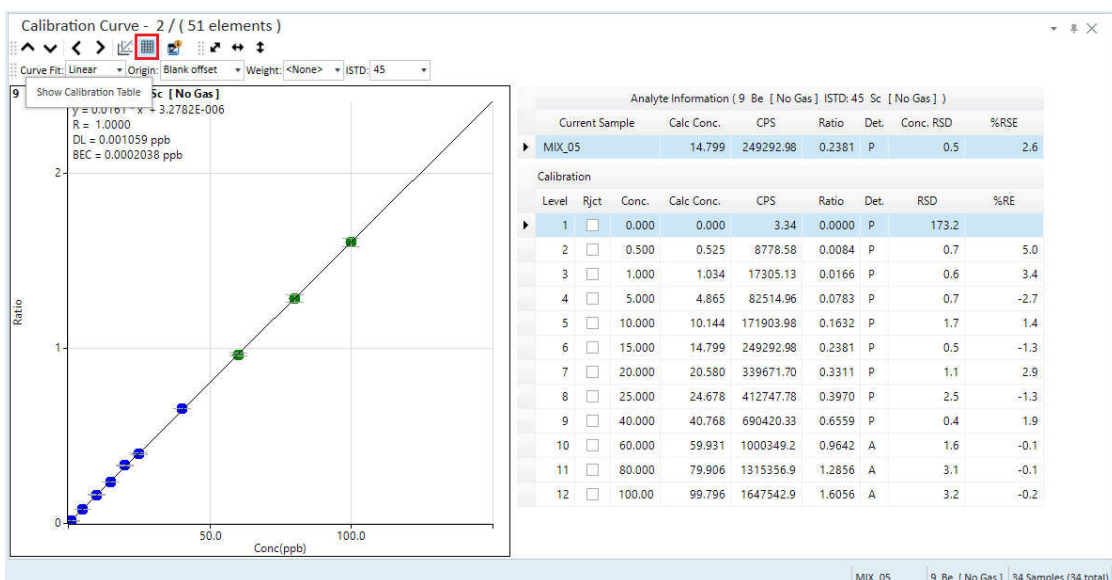
O หน้าต่าง Graph summary

- ดูรวมทั้งหมด ครึ่งละ 12 curves ในหนึ่งหน้า
- กดที่ลูกศรสี่เหลี่ยมซ้าย-ขวา เพื่อดูกราฟอื่นที่เหลือ
- กดที่ลูกศรสี่เหลี่ยม บน-ล่าง เพื่อ match ความเข้มข้นของตัวอย่างเทียบกับกราฟ

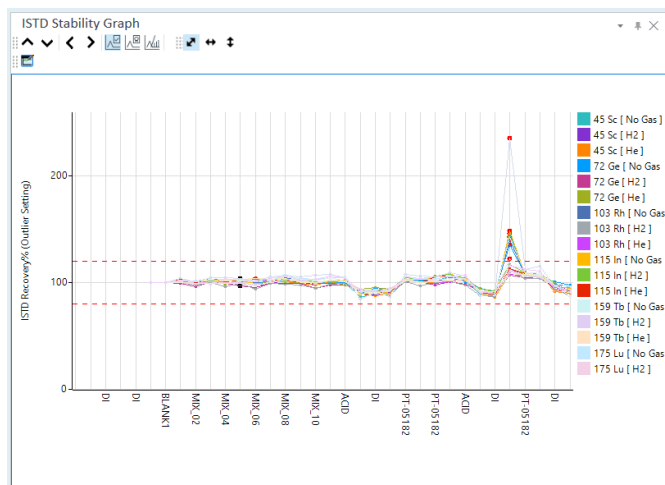


O หน้าต่าง Graph Details

- ✓ สามารถ double click ที่ calibration curve แต่ละอัน จากหน้า Graph Summary เพื่อดูรายละเอียด เปิดหน้าต่าง Graph Details ก็ได้
- ✓ สามารถแก้ไข Delete จุดออกได้ทีละหนึ่ง โดยคลิก (Rjct) เพื่อทำการแก้ไข reject จุดที่เบี่ยงเบนมากออกจาก calibration curve โดยความคลาดเคลื่อนของ Standard Data Point กับเส้นกราฟปกติควรจะมีมากกว่า 0.999



8.1.14 Internal Standard Stability Graph เพื่อดูความนิ่งของสัญญาณว่าปกติหรือไม่
ในบางครั้งถ้า ISTD %Recovery ออกนอก limit ให้หาสาเหตุเพื่อทำการแก้ไข



8.1.15 Batch Table แสดงถึงค่าที่ทำการคำนวณได้

Batch Table : FullQuant

Sample: <All> Sample Type: <All> Analyte: 9 Be [No Gas] ISTD: 45 Sc [No Gas] Tune Mode: <All>

Conc Count

Sample	7 Li [No Gas]	9 Be [No Gas]	24 Mg [No Gas]	27 Al [No Gas]	51 V [No Gas]	52 Cr [He]
6	0.009	119.1	0.000	334.2	<0.000	N/A
7	0.000	N/A	0.000	N/A	<0.000	N/A
8	0.488	1.6	0.525	0.7	1.624	0.7
9	1.008	0.5	1.034	0.6	1.673	1.2
10	4.909	1.7	4.865	0.7	5.285	0.5
11	10.157	2.0	10.144	1.7	10.682	0.7
12	14.700	1.1	14.799	0.5	15.150	1.1
13	20.190	0.9	20.580	1.1	20.501	0.9

- ✓ กำหนด QC outlier ชนิดต่างๆ ตามสิ่ง
- ✓ สามารถเพิ่มหรือลดหัวข้อที่ต้องแสดงได้แก่ Conc, CPS, %RSD,... อย่างรวดเร็วโดยกด

Batch Table : FullQuant

Sample: <All> Sample Type: <All>

Conc Count

- ✓ สามารถเพิ่มหรือลดหัวข้อ โดยอิสระ โดย

Add/Remove Columns (FullQuant)

Select Columns From:

Available Columns:

- %RSE
- Act. %J Value
- Blk Conc.
- CF Formula
- Conc. RSD
- Conc. SD
- CPS RSD
- Det.
- Meas. Conc.
- Min Conc.
- Ratio
- Spike Amount
- Spike Conc.
- Spike Recovery %

Show these columns in the order:

Conc. CPS

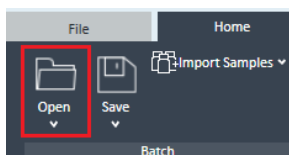
Display:

For Spectrum

Default OK Cancel Reset

8.2 การเรียกแฟ้มข้อมูล และการประมวลผลแบบ Semi Quantitative Analysis

8.2.1. Load batch file ที่ถูกเก็บข้อมูลแบบ Semi-Quantitative หรือ Quick scan ขึ้นมา



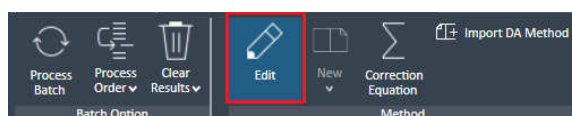
8.2.2. ดับเบิลคลิกที่ Batch file Folder เช่น DEMO_SQ.b ที่ต้องการโหลด ใน Batch Load Data Analysis file ให้เลือก เช่น DEMO_SQ.batch.xml ให้สังเกตที่นามสกุลของ file, กด Open

8.2.3. FullQuant windows พบแต่ข้อมูลดิบต่างๆ Data file, Acq. Date, Type, Level, Sample name ที่ได้ตั้งค่าไว้ในขั้นตอนการสร้าง batch และ Acq. Method แต่จะยังไม่มีกระบวนการประมวลผลทางปริมาณใดๆ

FullQuant						
		Sample				
	Rjct	Data File	Acq. Date-Time	Type	Level	Sample Name
1	☐	STD-05_CS DATA.D	02-Mar-94 7:43:00 AM	Sample		Li,Y,Ce,Tl 5ug/l
2	☐	STD-20_CS DATA.D	02-Mar-94 8:00:00 AM	SQStd		Li,Y,Ce,Tl 20ug/l
3	☐	SPECTRUM_CS DATA.D	03-Mar-94 9:33:00 AM	Sample		Cinnamon
4	☐	005SMPL_08C26p00_DEMO_SQ.D	26-Mar-08 1:43:58 PM	Sample		Test sample-5
5	☐	011SMPL_08C26p00_DEMO_SQ.D	26-Mar-08 1:56:01 PM	Sample		Test sample-11
6	☐	016SMPL_08C26p00_DEMO_SQ.D	26-Mar-08 2:06:05 PM	Sample		Test sample-16
7	☐	023SMPL_08C26p00_DEMO_SQ.D	26-Mar-08 2:21:11 PM	Sample		Test sample-23
8	☐	027SMPL_08C26p00_DEMO_SQ.D	26-Mar-08 2:29:56 PM	Sample		Test sample-27
9	☐	029SMPL_08C26p00_DEMO_SQ.D	26-Mar-08 2:34:29 PM	Sample		Test sample-29
10	☐	FULLMASS_08C27r05_DEMO_FQ.D	27-Mar-08 3:50:54 PM	Sample		Full scan data

8.2.1 เริ่มสร้าง DA methods หรือ Data Analysis methods หรือ รูปแบบการประมวลผล

8.2.2 กดปุ่ม Edit จะปรากฏ Task bar ดังรูปให้เริ่มทำตาม Step จาก 1-5



Step 1: กรณีที่มีต้นแบบเก่า หรือ batch file ก่อนหน้านี้ สามารถเลือก

- Reset: ทำการล้าง DA method ที่สร้างไว้ก่อนหน้านี้ทั้งหมด
- Import DA Method Only
- Import Method + STD file
- Import Batch จาก ICPMS Chemstation software

Load/Import ข้อมูล DA method หรือและ Standard file เก่ามาใช้กับ batch ปัจจุบัน

Step 2: ทำการแบบของการประมวลผล ได้แก่ Full-Q, Semi-Q, Isotop Ratio, Isotop Dilution

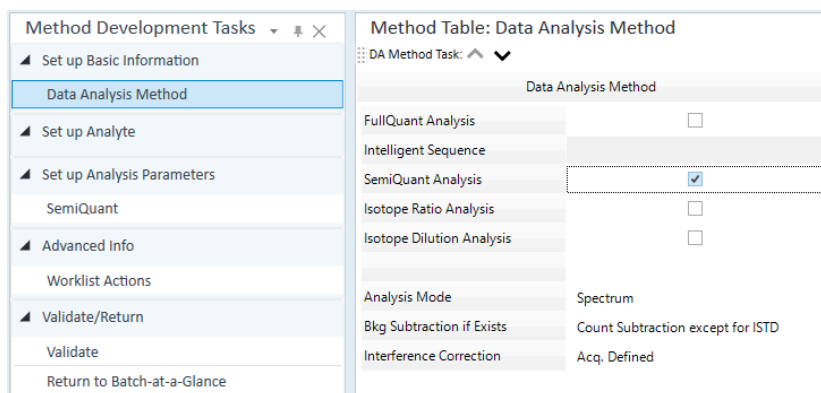
Step 3: Load elements ที่เก็บข้อมูลไว้ สามารถเลือกแสดงหรือไม่แสดงที่ step นี้ กำหนดชนิดของธาตุว่าเป็น Analyte หรือ ISTD

Step 4: สามารถ calibration curve, กำหนดความเข้มข้นของธาตุ elements, QC sample แต่ระดับความเข้มข้น หน่วย รูปแบบการ fit curve เป็นต้น

Advance Info: กำหนดค่ากำหนด limit เกี่ยวกับระบบ QC ต่างๆ

Step 5: ตรวจสอบว่าค่าที่ตั้งค่าไว้ สมบูรณ์

8.2.3 เลือก Data Analysis Method (Step 2) และเลือกการประมวลผลแบบ SemiQuant Analysis

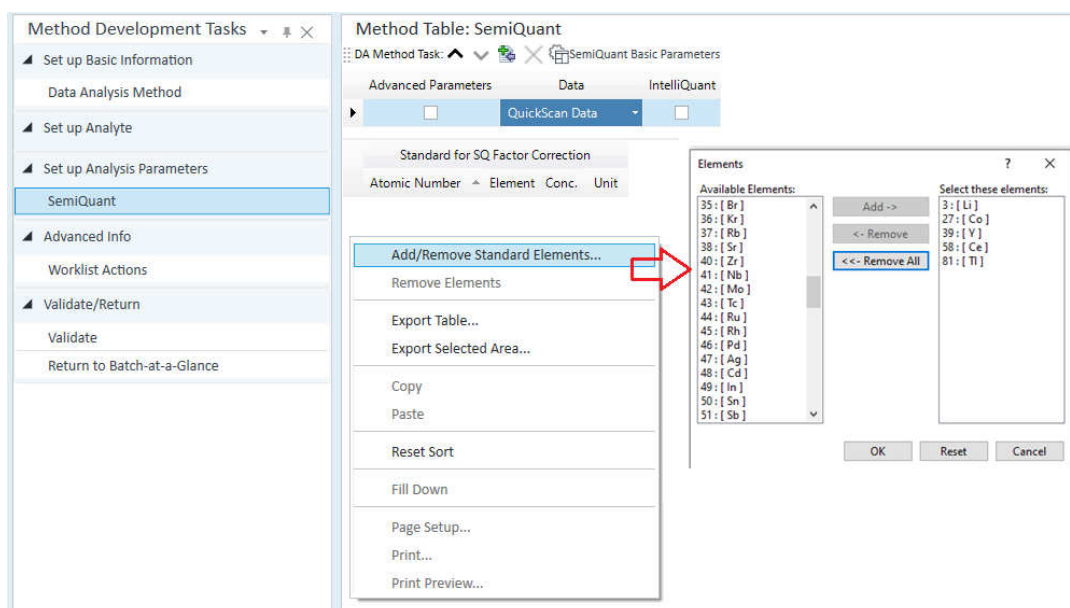


8.2.4 เลือก Setup Analysis Parameters (Step 3)

เลือกรูปแบบการดึงข้อมูล และทำการ Load element list จาก Datafile.d หรือ Method.m หรือคลิกขวาที่ บริเวณหัวตาราง

สามารถเลือกดึงข้อมูล เพื่อใช้ประมวลผลได้ 2 แบบ คือ

- ✓ Main Data: ข้อมูลที่ได้จากการเก็บข้อมูลด้วย Semi Quantitative
- ✓ QuickScan Data: ข้อมูลที่ได้จากการเก็บข้อมูล แบบ Quickscan พร้อมกับการเก็บแบบ Full Qualitative



8.2.5 ในหน้าต่าง Standard for SQ Factor Correction

ให้ทำการเลือก Standard Element list ของธาตุที่มีอยู่ในสารละลาย standard ที่ทราบค่าความเข้มข้น และใส่ค่าความเข้มข้น และหน่วยลงไปครบ

Method Table: SemiQuant

DA Method Task: SemiQuant Basic Parameters

Advanced Parameters Data IntelliQuant

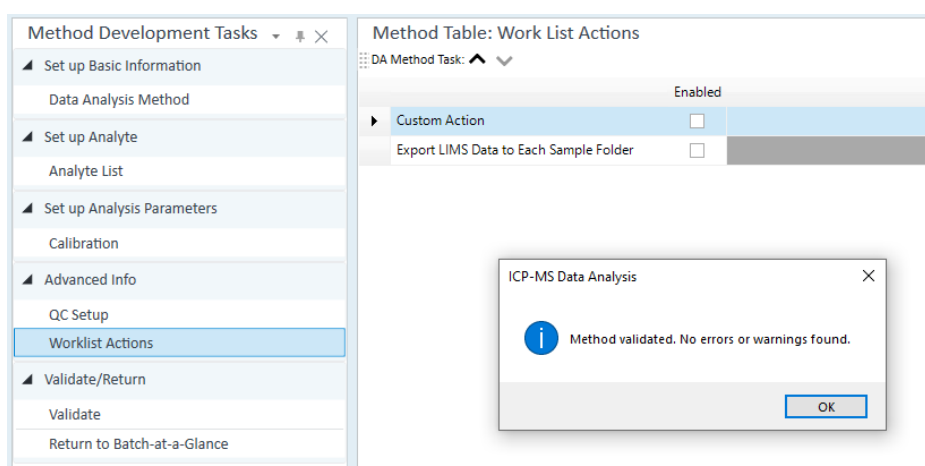
☐ ☒ QuickScan Data ☐

Standard for SQ Factor Correction

Atomic Number	Element	Conc.	Unit
3	Li	10	ug/l
27	Co	10	ug/l
39	Y	10	ug/l
58	Ce	10	ug/l
81	Tl	10	ug/l

8.2.6 Validate/Rerun (Step 5) คลิกที่ Validate เพื่อตรวจสอบความถูกต้อง

โปรแกรมจะตรวจสอบการตั้งค่า DA method ว่าครบถ้วนสมบูรณ์หรือไม่ โดยจะมี popup message box มายืนยัน

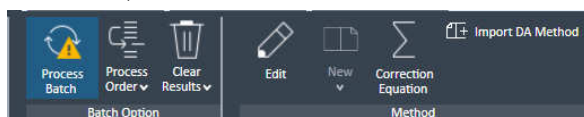


8.2.7 กดปุ่มเสร็จสิ้นการ setup DA method กลับเข้าสู่หน้า Data analysis หน้าหลัก

Return to Batch-at-a-Glance

8.2.8 การวิเคราะห์ผลการวิเคราะห์หน้าหลัก ทุกครั้งที่มีการเปลี่ยน ค่า Parameter ต่างๆ ที่เกี่ยวกับการคำนวณ

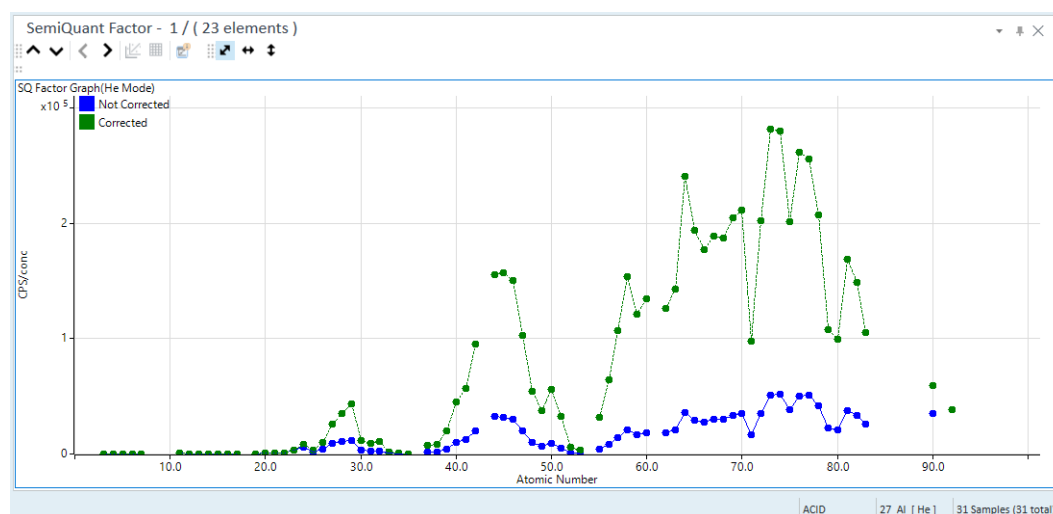
ปุ่ม Process data จะแดง เพื่อเตือนให้ทำการ reprocess ผลอีกครั้ง



8.2.9 ในหน้าต่างหลัก ให้กำหนดชนิดของ sample type ของตัวอย่างที่ละตัว คือ SQStd และ Sample

SemiQuant									
	Sample					7 Li [1]		9 Be [1]	
	Rjct	Data File	Acq. Date-Time	Type	Sample Name	Conc.	SQ Unit	Conc.	SQ Unit
1	☐	STD-05_CS DATA.D	02-Mar-94 7:43:00	Sample	Li,Y,Ce,Tl 5ug/l	6.747	mg/l		
2	☒	STD-20_CS DATA.D	02-Mar-94 8:00:00	SQStd	Li,Y,Ce,Tl 20ug/l	20.000	ug/l		
3	☐	SPECTRUM_CS DATA.D	03-Mar-94 9:33:00	Sample	Cinnamon	30.394	ng/l	<2.436	ng/l
4	☐	005SMPL_08C26p00_DEMO_	26-Mar-08 1:43:58	Sample	Test sample-5	118.210	ng/l	40.280	ng/l
5	☐	011SMPL_08C26p00_DEMO_	26-Mar-08 1:56:01	Sample	Test sample-11	54.790	ng/l	19.815	ng/l
6	☐	016SMPL_08C26p00_DEMO_	26-Mar-08 2:06:05	Sample	Test sample-16	54.039	ng/l	19.165	ng/l
7	☐	022SMPL_08C26p00_DEMO_	26-Mar-08 2:21:11	Sample	Test sample-22	27.019	ng/l	10.710	ng/l

เมื่อทำการกำหนด standard (SQStd) ที่ใช้เป็น reference file ในการปรับค่า response factor ใน condition ปัจจุบันที่ทดสอบ ทุกครั้งที่มีการเปลี่ยน ค่า Parameter ต่างๆ ที่เกี่ยวกับการคำนวณ ปุ่ม reprocess data จะแดง เพื่อเตือนให้ทำ

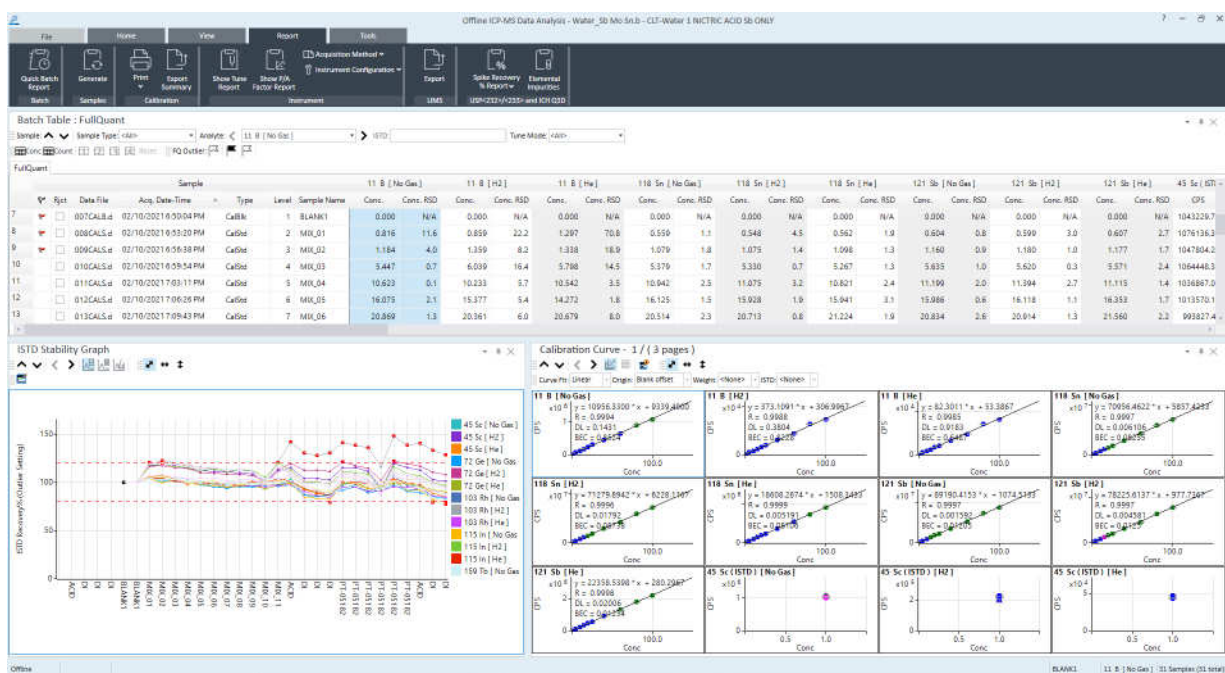


โปรแกรม ทำการคำนวณ ค่าความเข้มข้นที่วัดได้ ของธาตุทั้งหมดในตารางธาตุ โดยมีหน่วยที่เปลี่ยนเองโดยอัตโนมัติ ตามความเข้มข้นสูงต่ำของธาตุนั้นๆ

9. การรายงานผลการทดสอบ Generate Reports

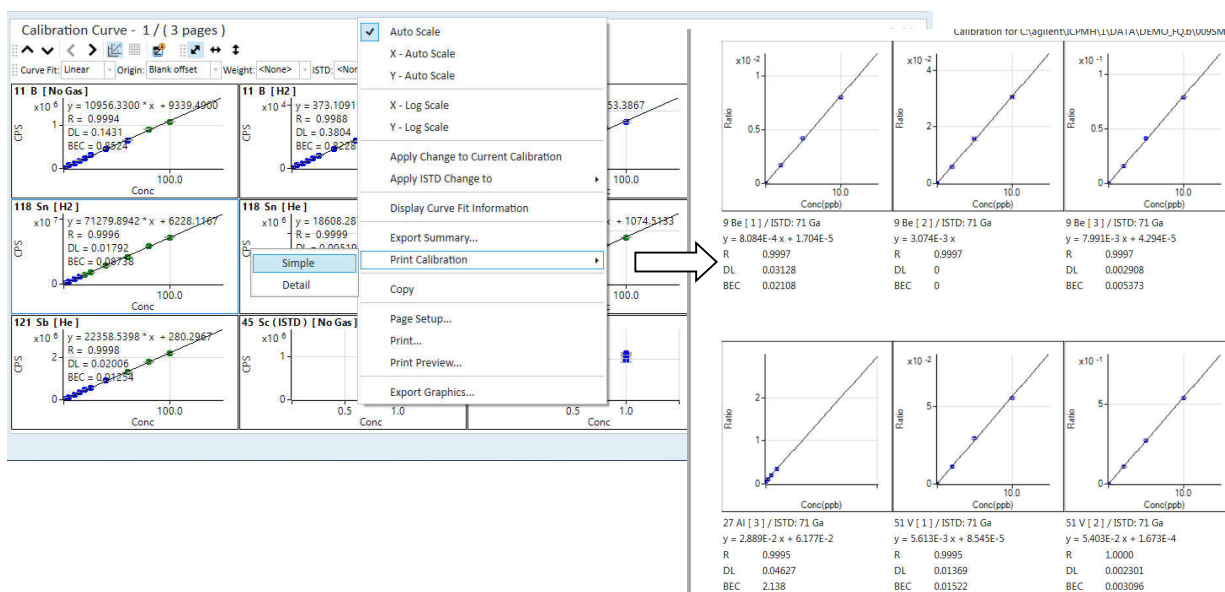
การพิมพ์ผลการทดสอบ สามารถส่งผลออกมาได้หลายรูปแบบ ได้แก่ การพิมพ์ออกมาเป็น Hard copy ได้แก่ test report เป็นสิ่งพิมพ์ หรือ Soft copy ได้แก่ Excel file, PDF file

ตัวอย่าง การเลือกการ export report จากจุดต่างๆ

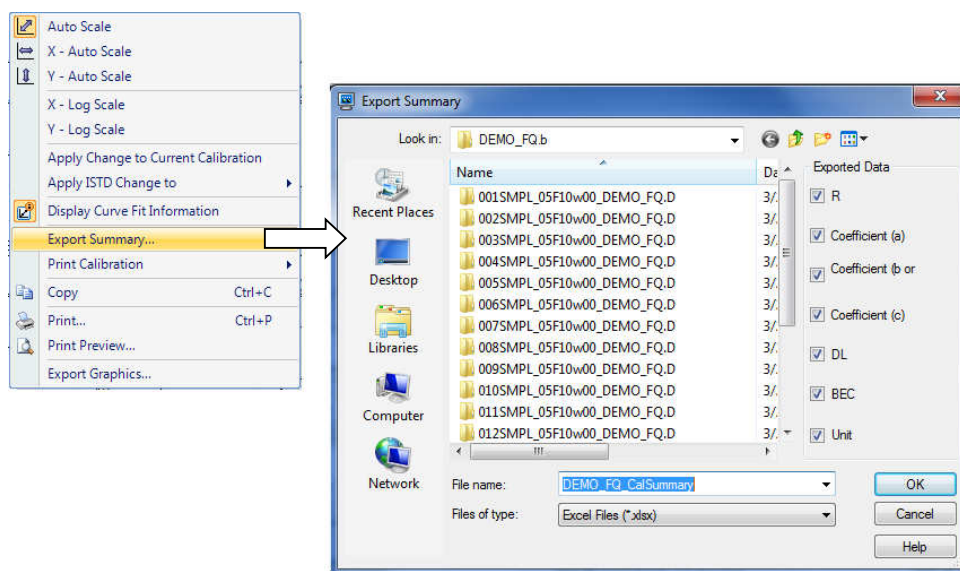


9.1 Calibration curve สามารถคลิกขวา บริเวณ Calibration curve ที่แสดงอยู่ สามารถเลือกได้ 2 วิธี

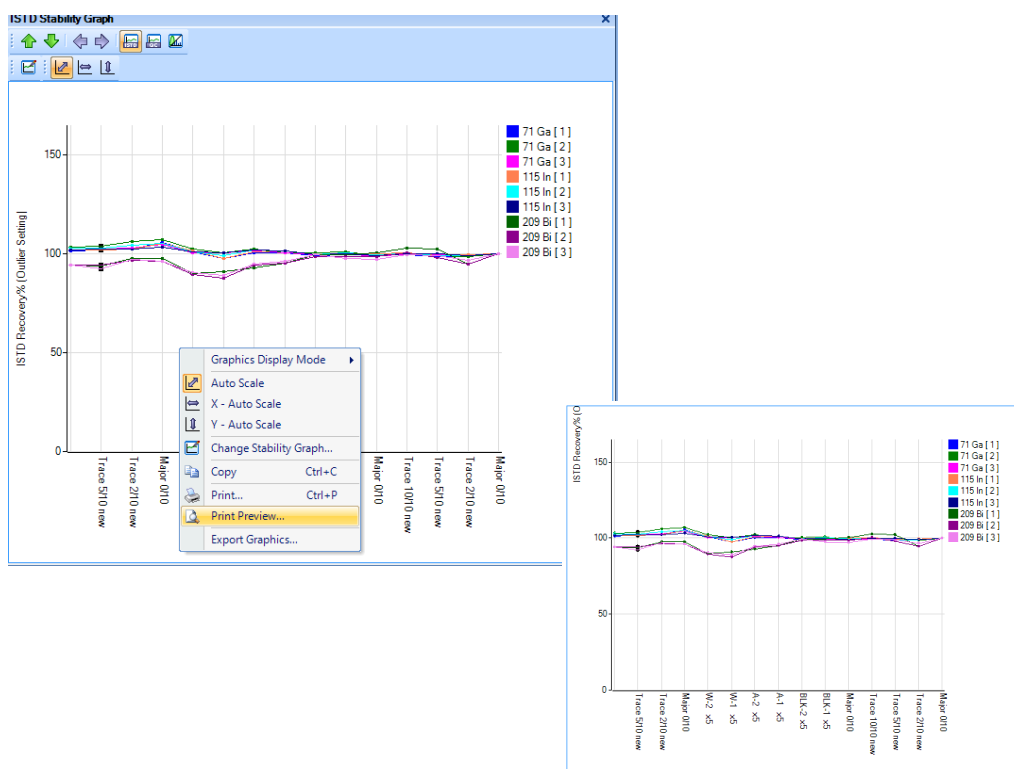
- ✓ Print calibration พิมพ์ calibration curve แบบง่าย หรือสรุปผลละเอียด พร้อมผลดิบโดยละเอียด



- ✓ Export Summary ส่งข้อมูลสรุป แสดงผลออกมาเป็น excel file เพื่อใช้เก็บ save file ได้



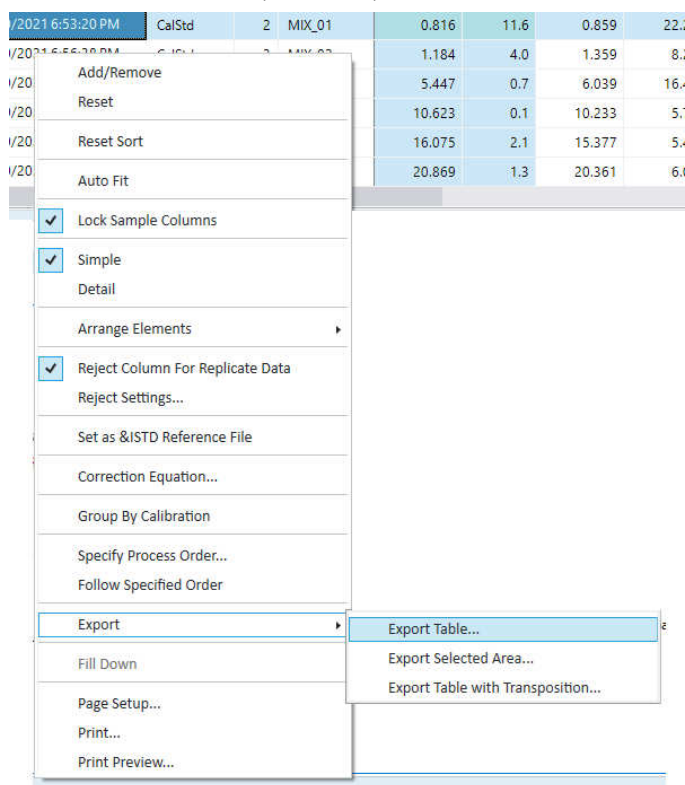
Internal standard/QC plot เลือก Print หรือ Print Preview เพื่อทำการพิมพ์ internal standard plot หรือ QC plot



9.2 Batch summaries

3.1 การ export raw data ออกมาในรูปแบบ Excel format (Excel 2010, 2013)

คลิกขวาที่หน้าจอ เลือก Export >> Export Table

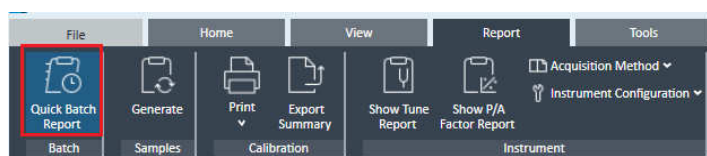


DEMO_FQ_RAW.xlsx - Excel

WILAIRAT,DACHOCHAI (A-Thailand,exl) -

Sample		9 Be [1]		9 Be [2]		9 Be [3]	
Conc. [ppb]	Conc. RSD	Conc. [ppb]	Conc. RSD	Conc. [ppb]	Conc. RSD	Conc. [ppb]	Conc. RSD
0	N/A	0	N/A	0	N/A	0	N/A
2.10755685	2.4569657	1.89914355	7.3750164	2.01860147	1.7673023	1.8636	
5.17187131	3.3068543	5.15182447	9.9711575	5.16453355	0.4794352	4.9392	
9.89255298	1.1332312	9.94425906	4.4187337	9.91401293	0.8743026	10.057	
0.03551489	46.600278	0.00449178	173.20508	0.00027807	517.55894	<	
0.01775387	34.869852	0.02666034	99.329427	0.00325905	39.863451	59.696	
0.01799885	68.810277	0.00905513	86.602723	0.00302185	37.708597	59.363	
0.01053282	173.1271	0.02244057	33.951422	0.00529306	17.289385	85.196	
<0.000	N/A	0.00887201	86.606799	0.00472756	46.49959	67.607	
0.01837397	220.63691	0.01348438	99.563936	0.00645228	37.696862	41.217	
0.02403486	174.40518	0.01767756	86.612492	0.0059764	45.16087	61.651	
0.00211993	1503.3586	0.01276583	0.5105563	0.00359756	94.71969	0.1056	
2.00168384	2.721376	1.98017938	3.8181298	2.05802523	2.04628	1.9111	
4.73444659	4.2498299	5.13987324	5.7669032	5.20272967	1.2443218	5.0044	
9.85044681	2.9387578	9.52665912	5.2444886	9.98393138	0.1216126	10.494	

9.3 การใช้คำสั่ง Quick batch report



Batch Summary Report

Batch Folder: C:\agilent\ICPMH\1\DATA\DEMO_FQ.b\
 Analysis File: DEMO_FQ.batch.xml
 Tune Step: #1 ce-h2.u
 #2 ce-he.u
 #3 ce-hot.u

	Rtct	Acq. Date-Time	Data File	Sample Name	Type	Level	Dilution
1		6/10/2005 10:13:00 PM	015SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Trace 10/10 new	Sample		1.0000
2		6/10/2005 10:05:00 PM	014SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Trace 5/10 new	Sample		1.0000
3		6/10/2005 9:58:00 PM	013SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Trace 2/10 new	Sample		1.0000
4		6/10/2005 9:51:00 PM	012SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Major 0/10	Sample		1.0000
5		6/10/2005 9:43:00 PM	011SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	W-2 x5	Sample		1.0000
6		6/10/2005 9:36:00 PM	010SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	W-1 x5	Sample		1.0000
7		6/10/2005 9:28:00 PM	009SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	A-2 x5	Sample		1.0000
8		6/10/2005 9:21:00 PM	008SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	A-1 x5	Sample		1.0000
9		6/10/2005 9:14:00 PM	007SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	BLK-2 x5	Sample		1.0000
10		6/10/2005 9:06:00 PM	006SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	BLK-1 x5	Sample		1.0000
11		6/10/2005 8:59:00 PM	005SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Major 0/10	Sample		1.0000
12		6/10/2005 8:52:00 PM	004SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Trace 10/10 new	CalStd	4	1.0000
13		6/10/2005 8:44:00 PM	003SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Trace 5/10 new	CalStd	3	1.0000
14		6/10/2005 8:37:00 PM	002SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Trace 2/10 new	CalStd	2	1.0000
15		6/10/2005 8:30:00 PM	001SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Major 0/10	CalBlk	1	1.0000

Batch Summary Report

Analyte Table

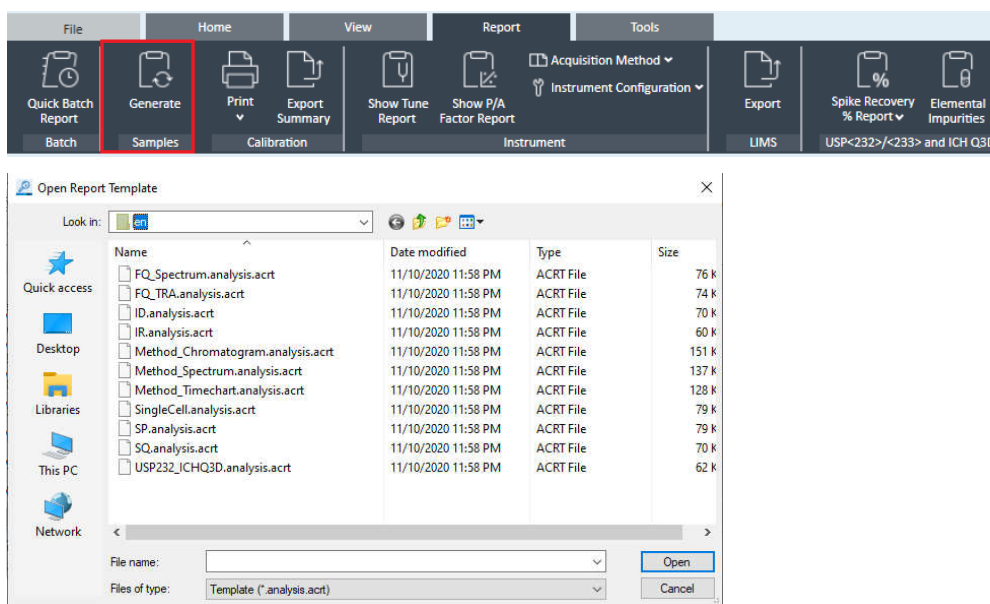
	Sample Name	9 Be [1]		9 Be [2]		9 Be [3]		27 Al [1]		27 Al [2]	
		Conc. [ppb]	CPS	Conc. [ppb]	CPS	Conc. [ppb]	CPS	Conc. [ppb]	CPS	Conc. [ppb]	CPS
1	Trace 10/10 new	9.850	632.46	9.527	482.23	9.984	18977.58	10.495	3979.44	10.236	350.67
2	Trace 5/10 new	4.734	306.45	5.140	262.22	5.203	9943.27	5.004	2080.60	4.702	179.78
3	Trace 2/10 new	2.002	131.11	1.980	103.33	2.058	3953.20	1.911	1003.82	1.735	88.89
4	Major 0/10	0.002	1.56	0.013	0.67	0.004	17.55	0.106	380.23	0.097	36.45
5	W-2 x5	0.024	2.89	0.018	0.89	0.006	21.33	61.652	21708.05	60.833	1907.25
6	W-1 x5	0.018	2.44	0.013	0.67	0.006	22.22	41.217	14134.21	39.323	1224.28
7	A-2 x5	<0.000	0.89	0.009	0.45	0.005	19.11	67.607	23698.56	66.920	2095.05
8	A-1 x5	0.011	2.00	0.022	1.11	0.005	20.00	85.190	29664.15	81.580	2509.34
9	BLK-2 x5	0.018	2.44	0.009	0.45	0.003	15.56	59.363	20492.12	57.182	1767.23
10	BLK-1 x5	0.018	2.45	0.027	1.33	0.003	16.00	59.696	20755.36	56.910	1764.78
11	Major 0/10	0.036	3.56	0.004	0.22	0.000	10.44	<0.000	318.45	0.104	34.00
12	Trace 10/10 new	9.893	623.13	9.944	485.57	9.914	18401.11	10.058	3754.71	10.163	336.01
13	Trace 5/10 new	5.172	323.12	5.152	250.45	5.165	9594.39	4.939	1986.81	4.772	173.56
14	Trace 2/10 new	2.108	133.33	1.899	92.00	2.019	3734.48	1.864	954.04	1.753	82.89
15	Major 0/10	0.000	1.33	0.000	0.00	0.000	10.00	0.000	322.45	0.000	31.11

9.4 Sample report สามารถเลือก generate report เฉพาะตัวหรือทั้งหมดได้

- ✓ เริ่ม highlight เฉพาะตัวอย่างที่ต้องการพิมพ์ report กด mouse ค้างไว้

FullQuant												
Sample							9 Be [1]	9 Be [2]	9 Be [3]	27 Al [1]	27 Al [2]	27 Al [3]
	Rjct	Data File	Type	Level	Sample Name	Dilution	Conc. [ppb]	Conc. [ppb]	Conc. [ppb]	Conc. [ppb]	Conc. [ppb]	Conc. [ppb]
1		001SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	CalBlk	1	Major 0/10	1.0000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2		002SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	CalStd	2	Trace 2/10 new	1.0000	2.108	1.899	2.019	1.864	1.753	1.753
3		003SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	CalStd	3	Trace 5/10 new	1.0000	5.172	5.152	5.165	4.939	4.772	4.772
4		004SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	CalStd	4	Trace 10/10 new	1.0000	9.893	9.944	9.914	10.058	10.163	10.163
5		005SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Sample		Major 0/10	1.0000	0.036	0.004	0.000	<0.000	0.104	0.104
6		006SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Sample		BLK-1 x5	1.0000	0.018	0.027	0.003	59.696	56.910	58.807
7		007SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Sample		BLK-2 x5	1.0000	0.018	0.009	0.003	59.363	57.182	58.807
8		008SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Sample		A-1 x5	1.0000	0.011	0.022	0.005	85.190	81.580	84.190
9		009SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D	Sample		A-2 x5	1.0000	<0.000	0.009	0.005	67.607	66.920	67.607

- ✓ เลือก report, Generate จะปรากฏหน้า Sample report สามารถเลือก option ต่างๆ คือ printout templates และ Output คือ พิมพ์ออก printer หรือ save เป็น PDF file ซึ่งจะ save อยู่ใน batch folder/icpreport



เลือก folder: C:\agilent\ICPMH\Report Templates\CRE\en\

เลือก report template ให้เหมาะสม คือ

- *** FQ_Spectrum.analysis.acrt สำหรับ Full quantitative ที่ plot calibration curve ทั่วไป
- *** FQ_TRA.analysis.acrt สำหรับ Time resolve analysis เช่น ข้อมูลที่ได้จาก HPLC-ICPMS, Laser Ablation เป็นต้น
- *** SQ.analysis.acrt สำหรับการ scan แบบ semi quantitative ทั้งแบบ Quick scan และ Full scan

ในกรณีที่ได้อีกเก็บข้อมูลแบบ PDF file "FQ_Spectrum.pdf" ใน subdirectory ของ data file นั้นๆ

Computer > Local Disk (C:) > agilent > ICPMH > 1 > DATA > DEMO_FQ.b > 008SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D >			
Name	Date modified	Type	Size
AcqData	3/26/2015 9:49 AM	File folder	
correct.icp	6/26/2009 4:33 PM	ICP File	3 KB
data.std	6/11/2005 12:19 AM	STD File	1 KB
data01.01	6/11/2005 12:21 AM	01 File	2 KB
data02.01	6/11/2005 12:21 AM	01 File	2 KB
detail06	6/11/2005 11:16 PM	Text Document	16 KB
errdt.mrg	6/11/2005 12:26 AM	MRG File	1 KB
FQ_Spectrum	5/5/2015 1:51 AM	Adobe Acrobat D...	60 KB
mtinfo.icp	6/11/2005 12:25 AM	ICP File	5 KB

Quantitation Report

File Name 008SMPL_05F10w00_DEMO_FQ.D
File Path C:\ICPMH\1\DATA\DEMO_FQ.b
Acq Time 6/10/2005 9:21:00 PM
Sample Name A-1 x5
Sample Type Sample
Comment —
Prep Dilution 1.0000
Auto Dilution 1.0000
Total Dilution 1.0000
Operator Name kenichit
Acq Mode Spectrum
Cal Title —
Cal Type External Calibration
Last Calib 05/05/2015 01:50:25
Bkg File —
Bkg Mode Count Subtraction except for ISTD
FQ BlankFile —
VIS Fit Point to Point

FullQuant Table

Element	Mass	ISTD	Tune Mode	Conc.	Units	RSD(%)	CPS	Ratio	Det.	Time(sec)	Rep
Be	9	71	1	0.011	ppb	173.13	2.00	0.0000	Pulse	1.5000	3
Al	27	71	1	85.390	ppb	0.67	29664.15	0.3782	Pulse	1.5000	3
V	51	71	1	0.108	ppb	18.05	54.44	0.0007	Pulse	1.5000	3
Ni	60	71	1	0.608	ppb	10.88	48.89	0.0006	Pulse	1.5000	3
Sb	121	115	1	0.108	ppb	2.39	202.45	0.0006	Pulse	1.5000	3
Ti	205	209	1	0.019	ppb	17.57	100.89	0.0043	Pulse	1.5000	3
Th	232	209	1	0.005	ppb	3.94	80.89	0.0035	Pulse	1.5000	3
U	238	209	1	0.016	ppb	2.22	127.78	0.0055	Pulse	1.5000	3
Be	9	71	2	0.022	ppb	33.95	1.11	0.0001	Pulse	1.5000	3
Al	27	71	2	81.580	ppb	1.47	2509.34	0.1561	Pulse	1.5000	3
V	51	71	2	0.053	ppb	6.45	48.67	0.0030	Pulse	1.5000	3
Ni	60	71	2	0.442	ppb	1.59	261.78	0.0163	Pulse	1.5000	3
Sb	121	115	2	0.118	ppb	5.44	72.22	0.0007	Pulse	1.5000	3
Ti	205	209	2	0.012	ppb	7.74	49.33	0.0035	Pulse	1.5000	3
Th	232	209	2	0.005	ppb	23.26	44.44	0.0032	Pulse	1.5000	3
U	238	209	2	0.018	ppb	11.90	83.56	0.0060	Pulse	1.5000	3
Be	9	71	3	0.005	ppb	17.29	20.00	0.0001	Pulse	1.5000	3
Al	27	71	3	84.346	ppb	0.42	584795.18	2.4925	Pulse	1.5000	3
V	51	71	3	0.098	ppb	2.50	976.04	0.0042	Pulse	1.5000	3
Ni	60	71	3	1.022	ppb	3.44	2138.17	0.0091	Pulse	1.5000	3
Sb	121	115	3	0.106	ppb	6.79	422.90	0.0006	Pulse	1.5000	3
Ti	205	209	3	0.009	ppb	13.01	73.33	0.0025	Pulse	1.5000	3
Th	232	209	3	0.006	ppb	18.87	86.67	0.0030	Pulse	1.5000	3
U	238	209	3	0.017	ppb	7.06	147.56	0.0051	Pulse	1.5000	3

ภาคผนวก

O การใช้ On-line Internal standard (ISTD)

Online ISTD สำหรับ ICPMS มีประโยชน์เพื่อทำการใช้เป็น reference signal เพื่อใช้ควบคุมการลดหรือเพิ่มของสัญญาณ (drifting) ที่อาจเปลี่ยนแปลงไปในขณะทำการทดสอบ เพื่อให้ได้ผลที่ดีการเปลี่ยนแปลงของสัญญาณต้องน้อยกว่า 10% โดยสมบัติของ online ISTD ต้องไม่ใช่ธาตุที่ต้องการวัด มีโอกาสปนเปื้อนด้วย isotope ต่างในธรรมชาติได้น้อยมีสมบัติทางเคมีใกล้เคียงกับธาตุที่ต้องการเปรียบเทียบ ได้แก่ ionization potential, atomic weight เป็นต้น

ทำการสร้าง Method โดยเลือกธาตุ mass ที่สนใจ แต่ให้เพิ่ม ISTD (internal standardization) ที่ใช้เพิ่มเติมเข้าไปใน method นั้นด้วย แล้วทำการวัดค่าออกมาตามปกติ จากตัวอย่าง ISTD ผสมที่นิยมใช้ได้แก่ ^6Li , Sc, Ge, In, Tb, Lu, Pt, Bi ซึ่งจะ cover range ตั้งแต่ mass ต่ำ กลาง สูง (scan range ของ ICPMS เท่ากับ 2-260 amu)

ตัวอย่าง การเลือกใช้ internal standard ที่แนะนำสำหรับงานวิเคราะห์ตัวอย่างทางด้านสิ่งแวดล้อมทั่วไป

Element	Mass	Confirmation Mass ¹	Mode	Internal Standard ²	Approx. Integration Time (sec/Point)
Be	9		No gas	^6Li	0.3
B	11		No gas	^6Li	0.1
Na	23		He	^{45}Sc	0.05
Mg	24		He	^{45}Sc	0.05
Al	27		He	^{45}Sc	0.3
P	31		No Gas	^6Li (^{72}Ge , ^{45}Sc) ³	0.1
K	39		He	9 or 71	0.05
Ca	44	43	He	9 or 71	0.1
V	51		He	^{45}Sc	0.5
Cr	52	53	He	^{45}Sc	1
Mn	55		He	^{45}Sc	0.1
Fe	56	57	He	^{45}Sc	0.1
Co	59		He	^{45}Sc	0.1
Ni	60		He	^{45}Sc	1
Cu	63	65	He	^{45}Sc	0.1
Zn	66	64	He	^{72}Ge	0.1
As	75		He	^{72}Ge	1
Se	78		He or (H ₂) ⁴	^{72}Ge	5
Br	79		No Gas	^{72}Ge	0.1
Mo	95	98	He	^{103}Rh	0.1
Ag	107	109	No Gas	^{115}In	0.1
Cd	111	114	No Gas	^{115}In , (^{209}Bi)	1
Sn	118		No Gas	^{103}Rh (^{115}In , ^{209}Bi)	0.1
Sb	121		No Gas	^{115}In , (^{209}Bi)	0.1
I	127		No Gas	^{103}Rh (^{115}In , ^{209}Bi)	0.1
Ba	137	135	No Gas	^{115}In , (^{209}Bi)	0.1
Hg	201	202	No Gas	^{209}Bi	1
Tl	205		No Gas	^{175}Lu , (^{209}Bi)	0.1
Pb	208		No Gas	^{175}Lu , (^{209}Bi)	0.1
Th	232		No Gas	^{175}Lu , (^{209}Bi)	0.1
U	238		No Gas	^{175}Lu , (^{209}Bi)	1

O หลักการทำ Customized tune สำหรับรุ่น 7700x และ 7800

Nogas mode

1. เลือกใช้ mass 7 amu (Li), 89 amu (Y), และ 205 amu (Tl)
2. จุ่ม tuning solution 1 ppb Li, Y, Mg, Co, Ce, Tl (part number : 5185-5959) เข้าเครื่อง
3. โหลด tune parameter ครั้งล่าสุดขึ้นมา
4. ปรับ sensitivity balance ของ Mass 7(Li), 89 (Y), 205 (Tl) โดยปรับที่ Omega lens
205(Tl) sensitivity สูงขึ้น ถ้า Omega Lens เป็นบวกมากขึ้น
7 (Li) sensitivity สูงขึ้น ถ้า Omega Lens เป็นลบมากขึ้น
5. ปรับตั้ง Torch position (H และ V) เพื่อให้ sensitivity ของ 89 (Y) สูงที่สุด
6. ปรับ makeup gas เพื่อให้ sensitivity สูงที่สุด แต่ค่า oxide ต้องไม่เกิน 1.5% ถ้าเกินให้ลด makeup gas ลง
7. ปรับ Omega Bias, Omega Lens, Extract 1 และ Octapole RF จนได้ตามสเปกที่กำหนดไว้
8. ตรวจสอบ Background โดยจุ่มน้ำ DI เข้าเครื่อง วัด mass 9 โดย mass 9 ต้องผ่านสเปกที่กำหนดไว้
9. ทำการบันทึก tuning parameter ที่ได้จาก nogas mode

Tuning Guideline สำหรับ 7700x (Micro Mist nebulizer)

ตัวแปร (standard mode)	ค่าที่แนะนำ	ช่วงที่เซตตามปกติ
RF power (W)	1500	Normally use 1550
Sampling Depth (mm)	8	7 to 10
Carrier gas (L/min)	1.05	1.01 to 1.11
Makeup gas (L/min)	0	0 to 1.11
Dilution gas (L/min)	0	0 to 1.11
Peripump (rps)	0.1	0.1
S/C temp (°C)	2	Normally use at 2 °C
Extract 1 (V)	0	Fixed
Extract 2 (V)	-180	-200 to -160
Omega Bias (V)	-80	-110 to -70
Omega Lens (V)	10	7 to 12
Cell Entrance (V)	-30	-40 to -30
Cell exit (V)	-50	-60 to -40
Deflect (V)	10	8 to 15
Plate Bias (V)	-40	-50 to -30
OctP RF (V)	180	150 to 200
OctP Bias (V)	-8	-10 to -6
QP Bias (V)	-3	-7 to -3 (5V positive than OctP Bias)

Helium mode

การเริ่มการปรับจูน Reaction gas mode: Hydrogen และ Helium mode ปกติแล้ว เราจะทำ reaction gas mode tuning หลังจากทำ standard mode tuning เสร็จแล้ว และเปลี่ยน mass ที่สนใจจาก Li(7) เป็น Co(59) ดูได้จากตาราง specification

1. โหลด tuning parameter จาก standard mode มาทำการแก้ไข
2. จุ่ม tuning solution 1 ppb Li, Y, Mg, Co, Ce, Tl เข้าเครื่อง
3. วัด Mass 59 (Co), 89 (Y), 205 (Tl)
4. เปิดวาล์ว แก๊ส helium เข้า reaction cell โดยใช้ flow rate 3.6 mL/min
(สามารถปรับจาก 3.2 ถึง 4.0 mL/min)
5. ตั้งค่า QP Bias -15V, OctP Bias -18V, Deflect 0V และ Plate Bias -60V (ค่าอื่นๆใช้เช่นเดียวกับ nogas mode)
6. ปรับ Cell entrance และ Cell exit จนได้ค่า sensitivity สูงที่สุด
7. ปรับ makeup gas เพื่อให้ sensitivity สูงที่สุด
8. ถ้าค่า sensitivity ยังต่ำกว่าค่าที่กำหนด ให้ค่อยๆลด hydrogen gas flow ที่ละน้อย แล้วทำซ้ำ 5 และ 7 ซ้ำ
9. ตรวจสอบ Background โดยจุ่มน้ำ DI เข้าเครื่อง วัด mass 56 และ 78 amu ถ้า background สูงกว่าที่กำหนด ให้เพิ่ม hydrogen gas flow ที่ละ 0.2 mL/min แล้วทำซ้ำ 5 และ 7 ซ้ำ
10. ทำการบันทึก tuning parameter ที่ได้จาก helium mode

แนะนำ สามารถใช้ 1 ppb tuning solution ที่ผสม 1%HCl ให้เป็น tuning solution แทน tuning solution ปกติ เพื่อให้จำลอง Matrix interference คือ ArCl ที่เกิดจาก chloride ในตัวอย่างที่รบกวน การทดสอบ As (75) ทำเช่นเดียวกับ Hydrogen mode tuning แต่ให้วัด background mass คือ 56 (ArO), 59 (ArF) และ 63 (NaAr)

Parameter ของ Ion Lens Voltages เมื่อใช้ Reaction mode

ตัวแปร	ช่วงที่เซตตามปกติ
Extract 1	Value from Standard Mode
Extract 2	Value from Standard Mode
Omega Bias	Value from Standard Mode
Omega Lens	Value from Standard Mode
Cell entrance	-40
Cell Exit	-60
Deflect	0
Plate Bias	-60
Octopole Bias	-18 [Fixed]
Quadrupole Bias (QP Bias)	-15 [Fixed]

Hydrogen mode

1. โหลด tuning parameter จาก Hydrogen mode มาทำการแก้ไข
2. จุ่ม Tuning solution 1 ppb Li, Y, Mg, Co, Ce, Tl เข้าเครื่อง
3. วัด Mass 59 (Co), 89 (Y), 205 (Tl)
4. เปิดวาล์ว แก๊ส hydrogen เข้า reaction cell โดยใช้ flow rate 4 mL/min
(สามารถปรับจาก 3.6 ถึง 4.4 mL/min)
5. ให้ทำการปรับแต่ง parameter ต่างๆ เช่นเดียวกับ hydrogen mode
6. ทำการบันทึก tuning parameter ที่ได้จาก hydrogen mode

การ Optimize Signal/Noise (Option)

7. ตรวจสอบ Background mass 52 (ArC), 55, 56 (ArO), 78(Ar₂) โดยใช้น้ำ เพื่อให้ได้ค่าต่ำ (ดูจากตาราง specification เทียบ) ถ้า background สูงเกินไปให้ทำการปรับต่อ
8. ปรับ cell exit จนได้ค่าตามกำหนด แต่ค่านี้ต้องสูงกว่า OctP Bias การปรับ cell exit นี้จะทำให้ background ลดลง แต่ sensitivity ก็ลดลงเช่นกัน
9. ปรับ Plate Bias ถ้าค่าสูงขึ้น background จะลดลง แต่ sensitivity ก็ลดลงด้วย
10. ปรับ QP bias ให้ค่าต่ำกว่า OctP Bias 2 V ถ้าค่า QP Bias สูงขึ้น จะให้ผลเช่นเดียวกับ Plate Bias ให้ปรับความห่างของ OctP Bias และ QP bias สังเกตค่า ArO (56) และ ArAr (78) จะต่ำลง จนได้ค่าตามที่ต้องการ

High Energy Helium mode (ใช้แทน hydrogen mode กรณีที่ไม่มี hydrogen)

สามารถใช้กับการวิเคราะห์ Fe และ Se โดยไอออนจะผ่านเข้าไปใน octapole ด้วยอัตราเร่งที่สูงกว่า helium mode ปกติ ทำให้ detection limit ต่ำลง

1. โหลด tuning parameter จาก standard mode มาทำการแก้ไข
2. จุ่ม tuning solution 1 ppb Li, Y, Mg, Co, Ce, Tl เข้าเครื่อง
3. วัด Mass 59 (Co), 89 (Y), 205 (Tl)
4. เปิดวาล์ว แก๊ส helium เข้า reaction cell โดยใช้ flow rate 10.0 mL/min
(สามารถปรับจาก 7.0 ถึง 10.0 mL/min)
5. ตั้งค่า QP Bias -96V, OctP Bias -100V, Deflect -80V และ Plate Bias -150V
(ค่าอื่นๆใช้เช่นเดียวกับ nogas mode)
6. ปรับ Cell entrance และ Cell exit จนได้ค่า sensitivity สูงที่สุด
7. ปรับ makeup gas เพื่อให้ sensitivity สูงที่สุด
8. ถ้าค่า sensitivity ยังต่ำกว่าค่าที่กำหนด ให้ค่อยๆลด hydrogen gas flow ที่ละน้อย แล้วทำซ้ำ 5 และ 7 ซ้ำ
กรณีที่ sensitivity ต่ำกว่าต้องการ สามารถปรับค่า QP Bias จาก -96V (สามารถปรับจาก -97 ถึง -90V)
9. ตรวจสอบ Background โดยจุ่มน้ำ DI เข้าเครื่อง วัด mass 56 และ 78 amu ถ้า background สูงกว่าที่กำหนด ให้เพิ่ม hydrogen gas flow ที่ละ 0.2 mL/min แล้วทำซ้ำ 5 และ 7 ซ้ำ
10. ทำการบันทึก tuning parameter ที่ได้จาก helium mode

Parameter ของ Ion Lens Voltages เมื่อใช้ High Energy mode

ตัวแปร	ช่วงที่เซตตามปกติ
Extract 1	Value from Standard Mode
Extract 2	Value from Standard Mode
Omega Bias	Value from Standard Mode
Omega Lens	Value from Standard Mode
Cell entrance	-40
Cell Exit	-60
Deflect	-80
Plate Bias	-150
Octopole Bias	-100 [Fixed]
Quadrupole Bias (QP Bias)	-96 [adjust -97 to -90V]

ตารางแสดง Specification สำหรับ ICP-MS 7700x และ 7800/7850 โดยใช้ Tune Solution ขนาด 1 ppb, integrate time 0.1 sec

Item	nogas mode	H ₂ Mode (4.0 ml/min)	He mode (3.6 ml/min)
Mass Axis (Li, Y, Tl) (7, 89, 205)	± 0.1 amu		
Mass Resolution (10% height)	0.65 – 0.80 amu		
Sensitivity : Counts	Li(7) $\geq 2,550$ Y(89) $\geq 8,500$ Tl(205) $\geq 5,100$	Y(89) $\geq 5,100$	Co(59) $\geq 2,040$
Background	9 amu < 5.75 cps 7, 89, 205 amu < 10 cps	78 amu < 4.6 cps	78 amu < 115 cps
Oxide (CeO/Ce) (156/140)	$\leq 1.38\%$ other Neb $\leq 2.0\%$ Micro flow Neb		
Doubly Charged (Ce ²⁺ /Ce ⁺) (70/140)	$\leq 2.3\%$		

หมายเหตุ อ้างอิง operational qualification specification (OQ/PV spec)

Appendix: Tuning Values

If you have to manually tune the system, use the following recommended values and ranges.

	No Gas Mode		Cell Gas Mode		High Energy Collision Mode	
Parameter	Value	Range	Value	Range	Value	Range
RF Power [W]	1550	Fixed	1550	Fixed	1550	Fixed
Smpl Depth [mm]	8.0	Fixed	8.0	Fixed	8.0	Fixed
Carrier Gas [l/min]	1.05	1.01 to 1.11	1.05	1.01 to 1.11	1.05	1.01 to 1.11
Makeup Gas [l/min]	0	0 to 1.11	0	0 to 1.11	0	0 to 1.11
Dilution Gas [l/min]	0	Fixed	0	Fixed	0	Fixed
Neb Pump [rps]	0.1	Fixed	0.1	Fixed	0.1	Fixed
S/C Temp [degC]	2	Fixed	2	Fixed	2	Fixed
He/H ₂ Gas [ml/min]	0	Fixed	3.6/4.0	3.2 to 4.0/ 3.6 to 4.4	10/--	7 to 10/--
Extract 1 [V]	0	Fixed	0	Fixed	0	Fixed
Extract 2 [V]	-180	-200 to -160	-180	-200 to -160	-180	-200 to -160
Omega Bias [V]	-80	-110 to -70	-80	-110 to -70	-80	-110 to -70
Omega Lens [V]	10	7 to 12	10	7 to 12	10	7 to 12
Cell Entrance [V]	-30	-40 to -30	-40	-40 to -30	-130	-150 to -110
Cell Exit [V]	-50	-60 to -40	-60	-60 to -40	-150	Fixed
Deflect [V]	10	8 to 15	0	-5 to 4	-80	-90 to -70
Plate Bias [V]	-40	-50 to -30	-60	Fixed	-150	Fixed
OctP RF [V]	180	150 to 200	180	150 to 200	190	180 to 200
OctP Bias [V]	-8	-10 to -6	-18	Fixed	-100	Fixed
QP Bias [V]	-3	-7 to -3	-15	Fixed	-96	-97 to -90

ตารางแสดง Specification สำหรับ ICP-MS 7700s โดยใช้ Tune Solution ขนาด 1 ppb, integrate time 0.1 sec

Item	nogas mode	H ₂ Mode (4.4 ml/min)	He mode (4.0 ml/min)
Mass Axis (Li, Y, Tl) (7, 89, 205)	± 0.1 amu		
Mass Resolution (10% height)	0.65 – 0.80 amu		
Sensitivity : Counts	Li(7) $\geq 4,250$ Y(89) $\geq 20,400$ Tl(205) $\geq 10,200$	Y(89) $\geq 8,500$	Co(59) $\geq 3,400$
Background	9 amu < 5.75 cps 7, 89 amu < 10 cps 205 amu < 30 cps	78 amu < 11.5 cps	78 amu < 230 cps
Oxide (CeO/Ce) (156/140)	$\leq 3.45\%$ (Micro flow 100uL)		
Doubly Charged (Ce ²⁺ /Ce ⁺) (70/140)	$\leq 6.9\%$		

หมายเหตุ อ้างอิง operational qualification specification (OQ/PV spec)

Appendix: Tuning Values

If you have to manually tune the system, use the following recommended values and ranges.

	High Sensitivity		Cell Gas Mode		High Energy Collision Mode		Cool Plasma	
Parameter	Value	Range	Value	Range	Value	Range	Value	Range
RF Power [W]	1500	Fixed	1500	Fixed	1500	Fixed	600	Fixed
Smpl Depth [mm]	8	7 to 10	8	7 to 10	8	7 to 10	18	Fixed
Carrier Gas [l/min]	0.7	Fixed	0.7	Fixed	0.7	Fixed	0.7	Fixed
Makeup Gas [l/min]	0.5	0.3 to 0.7	0.5	0.3 to 0.7	0.5	0.3 to 0.7	0.75	0.6 to 1.2
Dilution Gas [l/min]	0	Fixed	0	Fixed	0	Fixed	0	Fixed
Neb Pump [rps]	0.1	Fixed	0.1	Fixed	0.1	Fixed	0.1	Fixed
S/C Temp [degC]	2	Fixed	2	Fixed	2	Fixed	2	Fixed
He/H ₂ Gas [ml/min]	0	Fixed	3.6/4.0	3.2 to 4.0/ 3.6 to 4.4	10/--	7 to 10/--	0	Fixed
Extract 1 [V]	4.5	3 to 7	4.5	3 to 7	4.5	3 to 7	-120	-200 to -40
Extract 2 [V]	-100	-170 to -80	-100	-170 to -80	-100	-170 to -80	-5	-30 to 5
Omega Bias [V]	-70	-100 to -30	-70	-100 to -30	-70	-100 to -30	-70	-120 to -30
Omega Lens [V]	11	5 to 15	11	5 to 15	11	5 to 15	6	3 to 10
Cell Entrance [V]	-30	-40 to -30	-40	-40 to -30	-130	-150 to -110	-30	-40 to -30
Cell Exit [V]	-50	-60 to -40	-60	-60 to -40	-150	Fixed	-80	Fixed
Deflect [V]	12	8 to 15	0	-5 to 4	-80	-90 to -70	9	5 to 13
Plate Bias [V]	-40	-50 to -30	-60	Fixed	-150	Fixed	-60	Fixed
OctP RF [V]	180	150 to 200	180	150 to 200	-190	180 to 200	150	100 to 200
OctP Bias [V]	-8	-12 to -6	-18	Fixed	-100	Fixed	-18	-30 to -10
QP Bias [V]	-3	-5 to -3	-15	Fixed	-96	-97 to -90	-5	-5 to -3

ตารางแสดง Specification สำหรับ ICP-MS 7900x โดยใช้ Tune Solution ขนาด 1 ppb, integrate time 0.1 sec

Item	nogas mode	H ₂ Mode (6.0 ml/min)	He mode (4.3 ml/min)
Mass Axis (Li, Y, Tl) (7, 89, 205)	± 0.1 amu		
Mass Resolution (10% height)	0.65 – 0.80 amu		
Sensitivity : Counts	Li(7) $\geq 2,550$ Y(89) $\geq 12,750$ Tl(205) $\geq 7,650$	Y(89) $\geq 8,600$	Co(59) $\geq 2,380$
Background	9 amu < 5.75 cps 7, 89, 205 amu < 10 cps	78 amu < 4.6 cps	78 amu < 115 cps
Oxide (CeO/Ce) (156/140)	$\leq 1.38\%$ other Neb $\leq 2.0\%$ Micro flow Neb		
Doubly Charged (Ce ²⁺ /Ce ⁺) (70/140)	$\leq 2.3\%$		

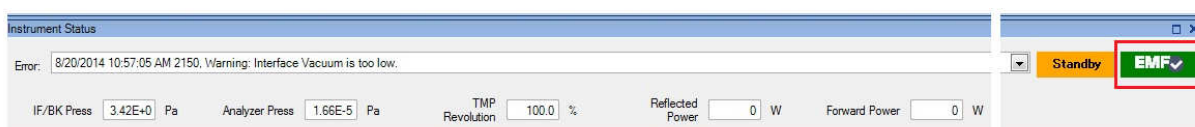
หมายเหตุ อ้างอิง operational qualification specification (OQ/PV spec)

O ระบบตรวจสอบ Early maintainnace feedback

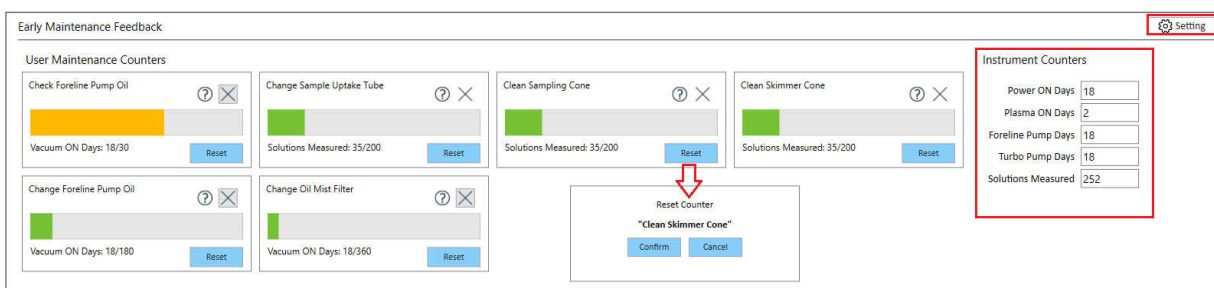
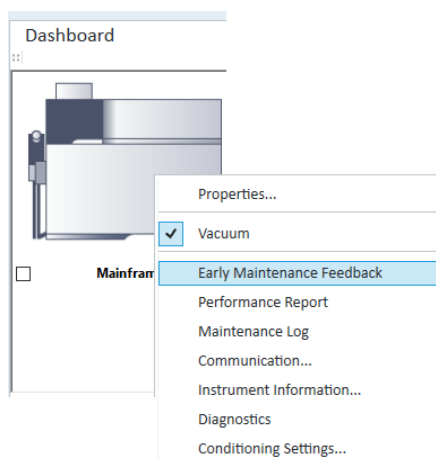
โปรแกรม ICP-MS จะมีระบบที่ตั้งเวลาในการเตือนโดยอัตโนมัติ เพื่อให้ผู้ใช้งานเครื่อง ตรวจสอบหรือ ทำการบำรุงรักษาเครื่องมือ สะดวกในการใช้งาน ได้แก่ การเปลี่ยนถ่ายน้ำมันปั๊ม เวลาเปลี่ยนสาย peripump เวลาการทำความสะอาดเลนส์ต่างๆ แผ่นกรองอากาศ nebulizer, spray chamber เป็นต้น สามารถเพิ่ม items ที่ต้องการได้ตามความพอใจ

- O เข้า Hardware, Mainframe, คลิกขวาที่ Mainframe เลือก menu ย่อย Early Maintenance Feedback
- O เข้า diagnostics เลือก Dashboard, Mainframe เพื่อทำการ monitor หรือ reset counter ของระบบแจ้งเตือนของแต่ละส่วนได้

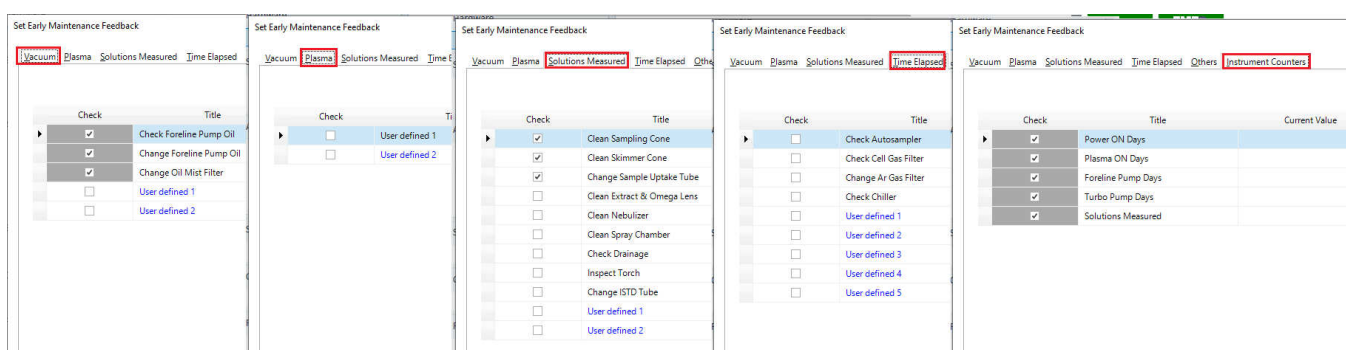
เมื่อเกินกำหนดที่ตั้งไว้เครื่องจะทำการเตือน ที่ EMF บริเวณ Instrument Status จะเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีแดง



เข้า Hardware >> Dashboard >> Mainframe >> Early Maintenance feedback เพื่อดู counter value ของการใช้งานของแต่ละตัว ให้ทำการ reset เมื่อมีการ Maintenance เปลี่ยนอุปกรณ์แต่ละตัว เพื่อให้ค่าที่แสดงมีความแม่นยำ เกิดประโยชน์สูงสุดกับผู้ใช้จริง ๆ

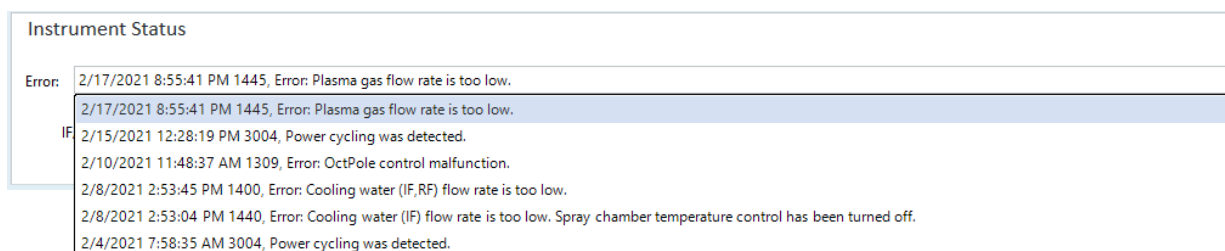
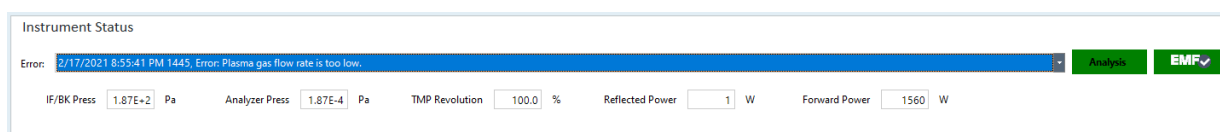


กำหนดค่า Limit Value ที่ทำการเปลี่ยน หรือ Maintenance ไปแล้ว กด Setting limiting



การแก้ไขสถานะการรื้อเมื่อ Software alert Error message

เมื่อระบบพบความผิดปกติ จะมีการเตือนผู้ใช้งาน ผ่านการเตือน Error message บน Instrument start



การเปรียบเทียบ Error Message จาก help menu

แผนการตรวจสอบและการบำรุงรักษาเชิงป้องกันแบบหลัก ICP-MS

วัตถุประสงค์

การบำรุงรักษาเชิงป้องกัน เป็นวิธีปฏิบัติที่โรงงานแนะนำเพื่อลดโอกาสการเกิดความบกพร่องของเครื่องมือจากระบบอิเล็กทรอนิกส์ หรือระบบแมกคาณิกต่างๆ ทำให้เครื่องมีสภาพพร้อมใช้งานตลอดเวลา

ต้องเตรียมอุปกรณ์ต่างๆ ที่จำเป็นต้องใช้ ระหว่างการทำการบำรุงรักษาเชิงป้องกัน ได้แก่ตัวทำละลาย อุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ในการล้าง แก๊ส รวมถึงสถานะที่ใช้ในการกำจัดของเสียต่างๆ น้ำมัน เป็นต้น

ควรสอบถามลูกค้า ตรวจสอบผลการทำautotune ครั้งล่าสุดเพื่อใช้อ้างอิง และใช้ในการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของเครื่องนั้นๆ โครมาโตแกรม noise รูปร่าง peakการแยกของ peak

- ตรวจสอบประวัติ และซักถามปัญหาต่างๆของเครื่องมือที่ลูกค้าพบ ก่อนการบำรุงรักษา
- ตรวจสอบประสิทธิภาพของมือจาก tune report ที่ผ่านมาก่อนเริ่มทำการบำรุงรักษา

ตารางการบำรุงรักษาเครื่องประจำปี ได้แก่

- เปลี่ยนถ่ายน้ำในระบบหล่อเย็น
- ตรวจสอบระบบด้วยการ การ tune และการ generate report
- เริ่มทำการปิดระบบทำสุญญากาศ
- ทำการตรวจสอบระบบทั่วๆไป
- ตรวจสอบความเสียหายต่างๆ ภายนอกเครื่อง
- ตรวจสอบการรั่วซึมของระบบทำสุญญากาศ
- ตรวจสอบ ท่อสุญญากาศ บั๊ม ท่อ exhaust และระบบสายไฟต่างๆ
- ตรวจสอบ Shield Contact Rod, RF return strip, gold plate contact. ทำความสะอาด หรือเปลี่ยนอะไหล่เท่าที่จะเป็น
- ตรวจสอบTeflon tape coating บน peristaltic pump clamp, ถ้าเกิดการฉีกขาดให้เปลี่ยนใหม่ด้วย Teflon tape (G1833-65577)
- ตรวจสอบระบบอิเล็กทรอนิกส์ ทำความสะอาดฝุ่นถ้าจะเป็น
- ระบบทำสุญญากาศแบบแมกคาณิก
 - ให้เปลี่ยนถ่ายน้ำมันปั๊ม (1535-4970 1 rough pump oil)
 - ตรวจสอบระบบไหลย้อนกลับของน้ำมันปั๊มโดยการเปิดวาล์ว ballast
 - เปลี่ยนตัวกรองไอน้ำมัน
- ระบบน้ำหล่อเย็น
 - G31xxA เปลี่ยนตัวกรองน้ำ
 - G31xxB and G32xxA ทำความสะอาดและเปลี่ยนตะแกรงเหล็ก กรองน้ำ
 - จุดบันทึกอัตราการไหลของน้ำ

_____l/min RF/WC/IF

_____l/min RF/TP
- ระบบไอออนเลนส์

- ถอดและทำความสะอาดเลนส์extraction
- ถอดและทำความสะอาดเลนส์Einzel, Omega and plate bias
- ถอด reaction cell และ plate bias ทำความสะอาด reaction cell และ plate bias lenses q เปลี่ยน octopole
- ประกอบไอออนเลนส์และปิดฝา analyzer
- ปิดระบบทำสุญญากาศ

O ตรวจสอบระบบหลังจากทำการบำรุงรักษา

- ตรวจสอบ quadrupole matching
- ทำoctopole matching
- ตรวจสอบระบบการควบคุมการไหลของแก๊ส โดยการตรวจสอบการปรับการไหลเทียบกับค่าที่อ่านได้จากมิเตอร์และปรับ offset ของ MFC's
- ปรับตั้งค่าTune (โดยใช้ค่าการ tune ปรับเปลี่ยนค่าเลนส์ voltage สังเกตการเปลี่ยนแปลงของ sensitivity ของ mass ต่างๆ)
- ปรับแต่ง เครื่องด้วยฟังก์ชัน autotune เก็บและบันทึกผลบันทึกค่าEM และ discriminator Voltages
 _____ V Analog HV
 _____ V Pulse HV
 _____ mV Discriminator
- ทดสอบเสถียรภาพของสัญญาณในเวลา 10 นาทีด้วย สารละลายที่ใช้tune
- บันทึกค่าสุญญากาศที่สถานะ Standby
 _____ Pa An
 _____ Pa Bk

การบำรุงรักษาเครื่อง ICP-MS (Maintenance) กรณีที่เครื่องใช้งานสม่ำเสมอ ให้ปฏิบัติตามตารางนี้

ระยะเวลา	อุปกรณ์	การดูแลรักษา
Daily	Lab conditions	Check for safety
Daily	Argon	Check pressure & volume
Daily	Drain	Should be empty
Daily	Sample tray etc	Check for spills, wipe acids
Daily	Peri pump	Check for damage
Daily	Sample/Skimmer	Check orifice
When Needed	Sample/Skimmer	Clean/replace
When Needed	Nebulizer	Clean/replace
When Needed	Peri pump tubing	Replace
When Needed	Torch	Clean/replace
When Needed	Water Filter	Check replace
When Needed	Electron multiplier	Evaluate/replace
Weekly	Prepare tune solution	
Weekly	Torch, spray chamber	Clean
Weekly	Nebulizer	Clean
Weekly	RF return strip	Clean
Weekly	Carrier tube	Check for leaks
Weekly	Cooling water	Check volume
Time	Component	Task
Month	Rotary pump	Check level and color
Month	Oil mist filter	Check
Month	Cooling water filter	Check
Month	Extraction lens (if necessary)	Check
Month	Sample tubing	Replace
6 Month	Lenses	Clean
6 Month	Rotary pump	Replace oil
6 Month	Plasma/Carrier gas tubing	Replace
Year	Oil mist filter	Check/replace (if necessary)
ระยะเวลา	อุปกรณ์	การดูแลรักษา
Year	O rings	Replace
Year	Penning gauge	Clean

2 Years	Argon gas filter	replace
---------	------------------	---------

2. Periodic Table

Agilent 7700 Series ICP-MS

L	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	atomic weight
57	138.9	140.1	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	140.9	174.96
A	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr	atomic weight
89	227	232	231	238	237	238	237	237	237	237	237	237	237	237	237	261
Element Symbol	atomic number	atomic weight	ionization potential	electron affinity	melting point	boiling point										
He	2	4.003	2372	48	4.2	4.2										
Ne	10	20.18	2081	120	27	27										
Ar	18	39.95	1521	78	84	84										
Kr	36	83.80	1351	117	120	120										
Xe	54	131.3	1081	220	166	166										
Rn	86	(222)	1037	240	201	201										
At	85	(210)	1037	240	201	201										
Po	84	(210)	1037	240	201	201										
Bi	83	208.98	1037	240	201	201										
Pb	82	207.2	1037	240	201	201										
Tl	81	204.38	1037	240	201	201										
Hg	80	200.59	1037	240	201	201										
Au	79	196.97	1037	240	201	201										
Pt	78	195.08	1037	240	201	201										
Ir	77	192.22	1037	240	201	201										
Os	76	190.23	1037	240	201	201										
Rh	75	186.21	1037	240	201	201										
Pd	74	186.21	1037	240	201	201										
Ag	73	186.21	1037	240	201	201										
Cd	72	112.41	1037	240	201	201										
In	71	114.82	1037	240	201	201										
Sn	70	118.71	1037	240	201	201										
Sb	69	121.76	1037	240	201	201										
Te	68	127.60	1037	240	201	201										
I	67	126.91	1037	240	201	201										
Xe	66	131.29	1037	240	201	201										
Rn	65	(210)	1037	240	201	201										
At	64	(210)	1037	240	201	201										
Po	63	(210)	1037	240	201	201										
Bi	62	208.98	1037	240	201	201										
Pb	61	207.2	1037	240	201	201										
Tl	60	204.38	1037	240	201	201										
Hg	59	200.59	1037	240	201	201										
Au	58	196.97	1037	240	201	201										
Pt	57	195.08	1037	240	201	201										
Ir	56	192.22	1037	240	201	201										
Os	55	190.23	1037	240	201	201										
Rh	54	186.21	1037	240	201	201										
Pd	53	186.21	1037	240	201	201										
Ag	52	186.21	1037	240	201	201										
Cd	51	112.41	1037	240	201	201										
In	50	114.82	1037	240	201	201										
Sn	49	118.71	1037	240	201	201										
Sb	48	121.76	1037	240	201	201										
Te	47	127.60	1037	240	201	201										
I	46	126.91	1037	240	201	201										
Xe	45	131.29	1037	240	201	201										
Rn	44	(210)	1037	240	201	201										
At	43	(210)	1037	240	201	201										
Po	42	(210)	1037	240	201	201										
Bi	41	208.98	1037	240	201	201										
Pb	40	207.2	1037	240	201	201										
Tl	39	204.38	1037	240	201	201										
Hg	38	200.59	1037	240	201	201										
Au	37	196.97	1037	240	201	201										
Pt	36	195.08	1037	240	201	201										
Ir	35	192.22	1037	240	201	201										
Os	34	190.23	1037	240	201	201										
Rh	33	186.21	1037	240	201	201										
Pd	32	186.21	1037	240	201	201										
Ag	31	186.21	1037	240	201	201										
Cd	30	112.41	1037	240	201	201										
In	29	114.82	1037	240	201	201										
Sn	28	118.71	1037	240	201	201										
Sb	27	121.76	1037	240	201	201										
Te	26	127.60	1037	240	201	201										
I	25	126.91	1037	240	201	201										
Xe	24	131.29	1037	240	201	201										
Rn	23	(210)	1037	240	201	201										
At	22	(210)	1037	240	201	201										
Po	21	(210)	1037	240	201	201										
Bi	20	208.98	1037	240	201	201										
Pb	19	207.2	1037	240	201	201										
Tl	18	204.38	1037	240	201	201										
Hg	17	200.59	1037	240	201	201										
Au	16	196.97	1037	240	201	201										
Pt	15	195.08	1037	240	201	201										
Ir	14	192.22	1037	240	201	201										
Os	13	190.23	1037	240	201	201										
Rh	12	186.21	1037	240	201	201										
Pd	11	186.21	1037	240	201	201										
Ag	10	186.21	1037	240	201	201										
Cd	9	112.41	1037	240	201	201										
In	8	114.82	1037	240	201	201										
Sn	7	118.71	1037	240	201	201										
Sb	6	121.76	1037	240	201	201										
Te	5	127.60	1037	240	201	201										
I	4	126.91	1037	240	201	201										
Xe	3	131.29	1037	240	201	201										
Rn	2	(210)	1037	240	201	201										
At	1	(210)	1037	240	201	201										

Our measure is your success.

[products](#) | [applications](#) | [software](#) | [services](#)



Agilent Technologies

www.agilent.com/chem/icpms



3. Relative Isotopic Abundance Table

Relative Isotopic Abundance Table

[illegible][illegible]

Information, descriptions, and specifications in this publication are subject to change without notice.

© Agilent Technologies, Inc. 2009
Printed in Japan December 1, 2009
53280-90001