

| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 1 daripada 8 |

1. TUJUAN

Tujuan prosedur ini ditubuhkan adalah untuk memberikan arahan yang jelas bagi langkah atau tatacara bagaimana menjalankan analisis sampel menggunakan peralatan Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS).

2. SKOP

Terpakai untuk pengguna dari Jabatan Kimia.

3. PROSEDUR ARAHAN

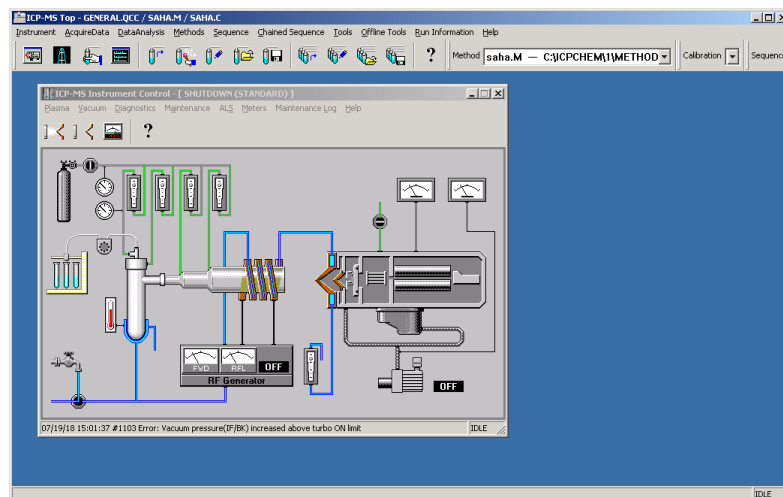
3.1 Memulakan operasi sistem

- (a) Buka silinder gas dan periksa tekanan gas.
- (b) Hidupkan suis pemampat udara.
- (c) Hidupkan komputer



Ikon ICP-MS

- (d) Klik ikon **ICP-MS** pada desktop
- (e) Kekotak **ICP-MS Top** akan dipaparkan seperti berikut



- (f) Pasang **sample tube** dan **drain tube** pada bahagian peristaltic pump tube



sample tube dan
drain tube

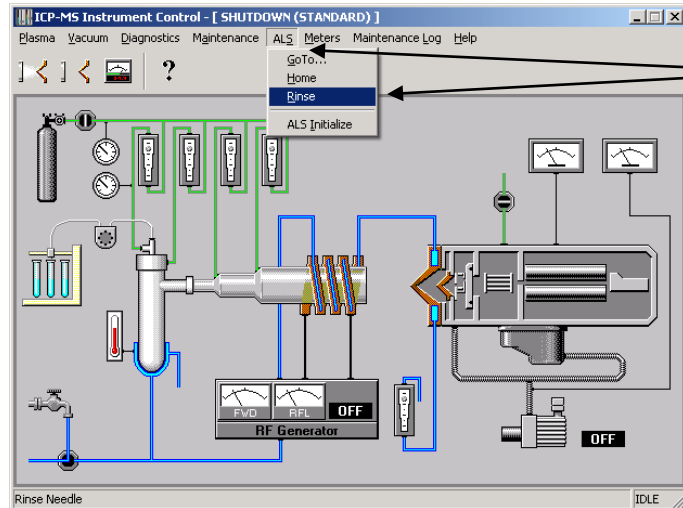
Buka botol yang mengandungi

- (1) Botol 1 – air suling (DI water)
- (2) Botol 2 – asid nitric 5%
- (3) Botol 3 – Tuning solution

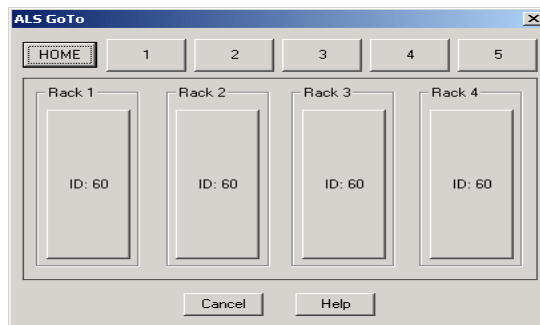
| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 2 daripada 8 |

3.2 Mencuci Peralatan

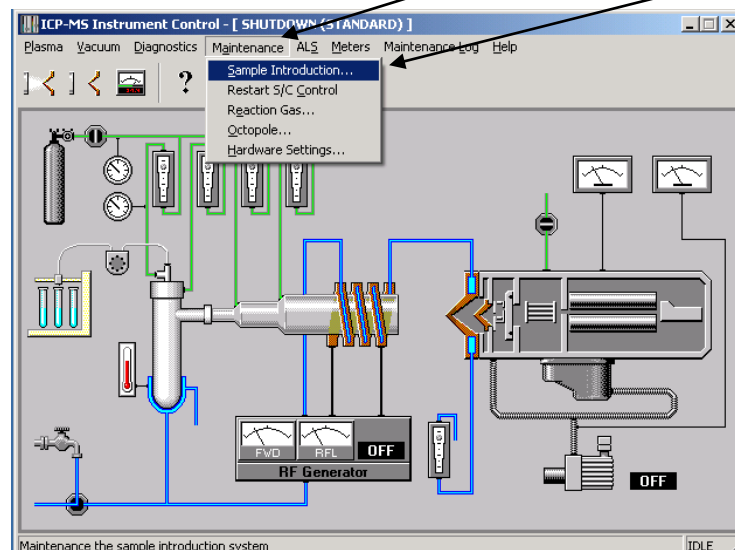
- (a) Pada toolbar, klik 'ALS' klik 'Rinse'
- (b) Tunggu dalam tempoh 10 saat



- (c) Klik semula pada 'ALS', klik 'GoTo...'
- (d) Klik butang no. '1'

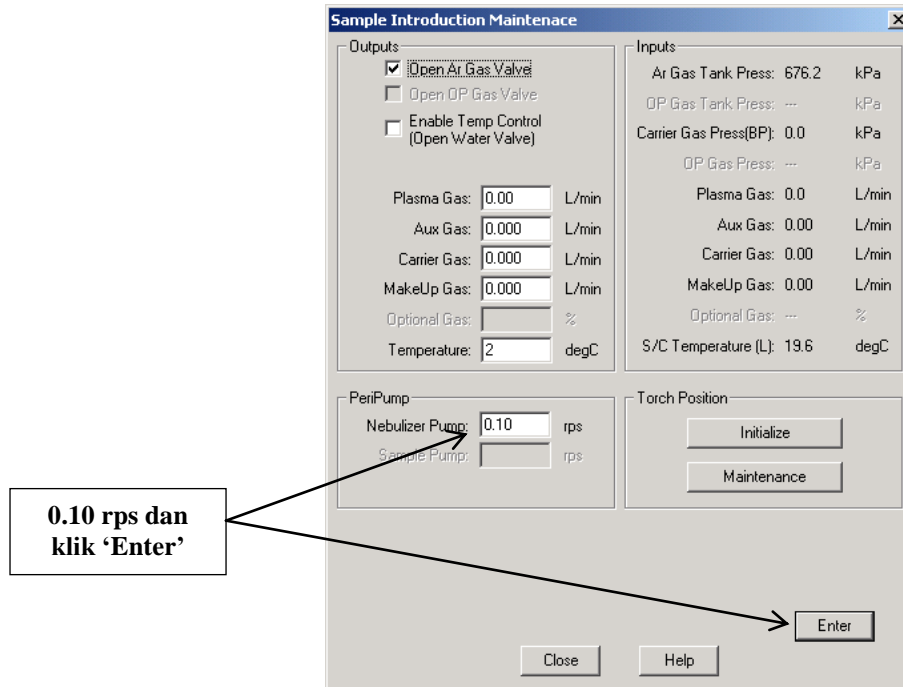


- (e) Pada Kekotak ICP-MS Instrument Control, klik pada 'Maintenance' klik 'Sample Introduction'



| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 3 daripada 8 |

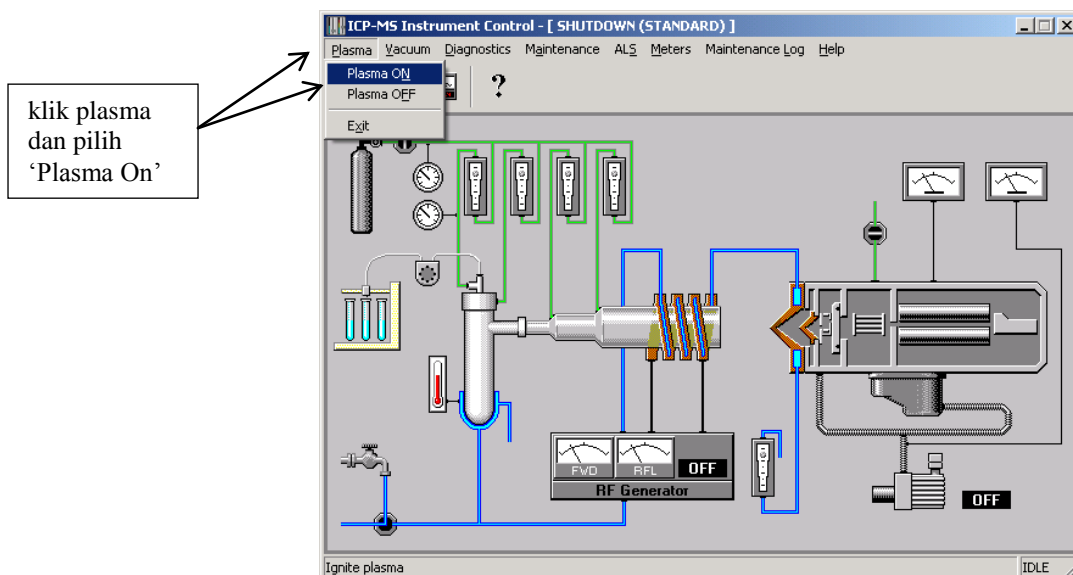
- (f) Pada Outputs, klik Open Ar Gas Valve
- (g) Pada Peripump, masukkan nilai 0.10 rps pada Nebulizer pump. Klik 'Enter'
- (h) Tunggu 5 minit.



- (i) Kemudian, klik 'Close'

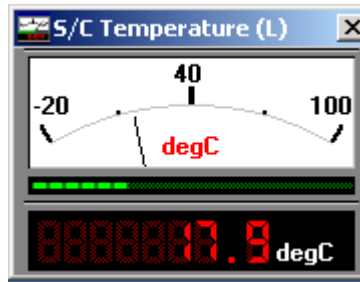
3.3 Tuning Peralatan

- (a) Hidupkan suis pada unit Heat Exchanger
- (b) Pada Kekotak ICP-MS Instrument Control, klik Plasma, pilih 'Plasma ON'



| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 4 daripada 8 |

(c) Pastikan suhu **bawah 2°C**

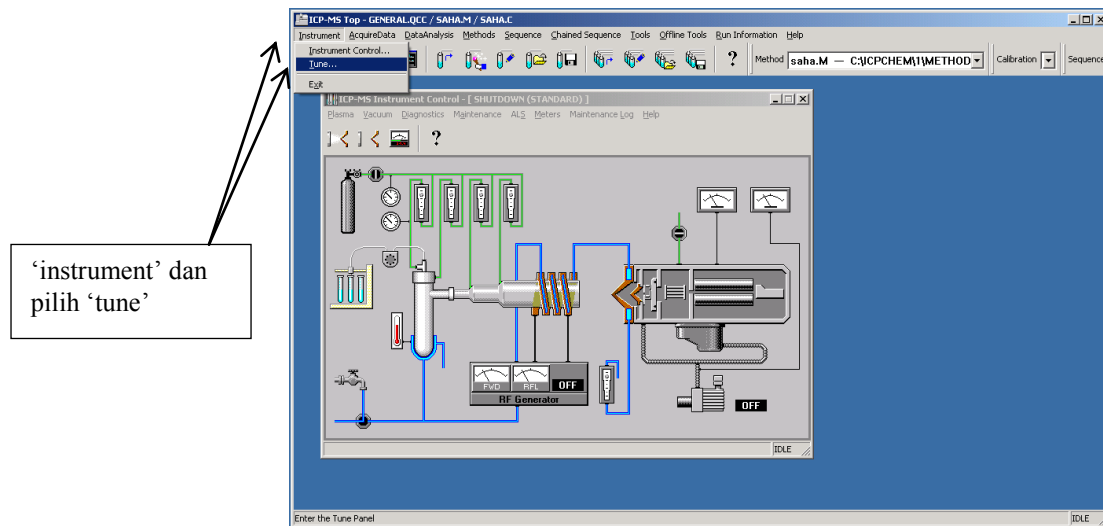


(d) Ulang semula proses 3.2 (a) – (d)

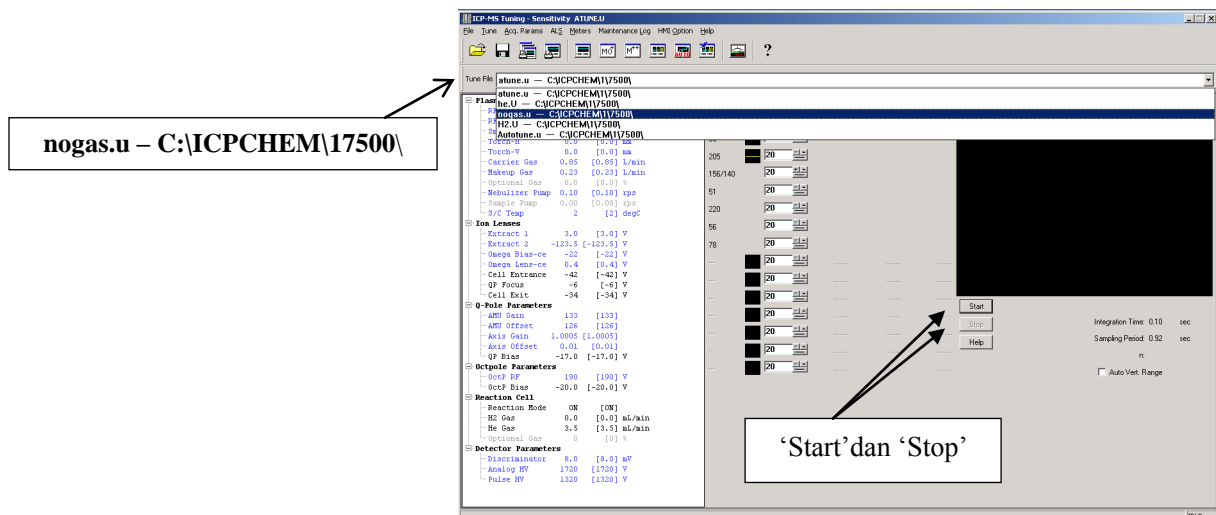
(e) Klik semula ‘ALS’, klik ‘Rinse’

(f) Klik butang no.3

(g) Pada kekotak ICP-MS TOP, klik ‘Instrument’ dan pilih ‘Tune . . .’



(h) Kekotak berikut akan keluar. Pilih ‘nogas.u – C:\ICPCHEM\17500\’



| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 5 daripada 8 |

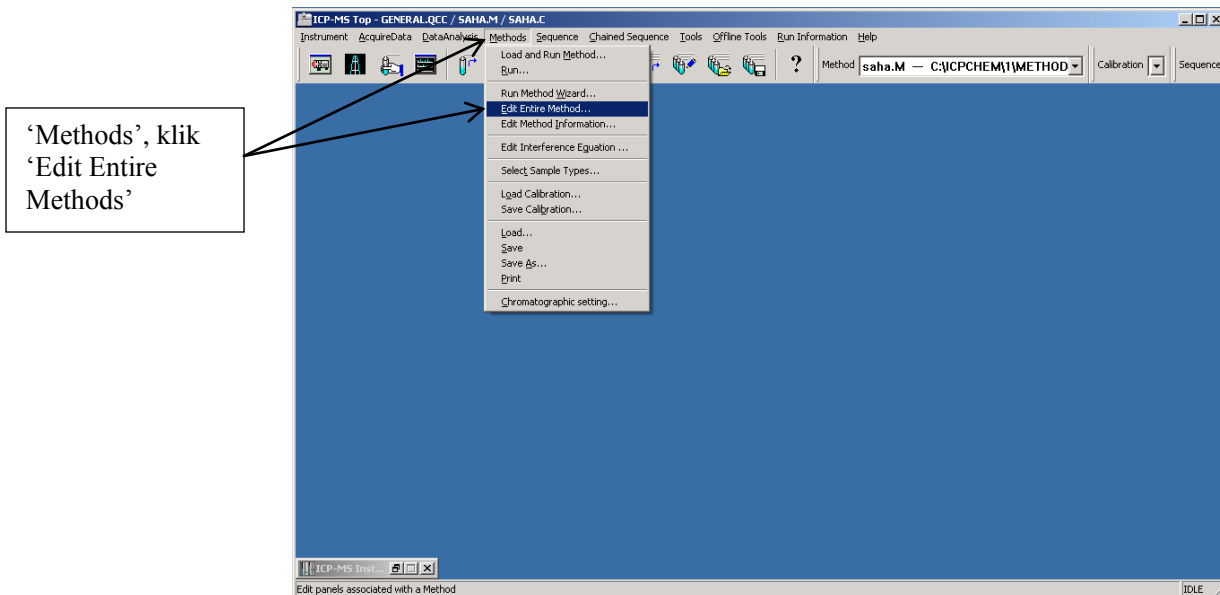
- (i) Klik bebutang 'Start' untuk memulakan tuning.
- (j) Tunggu 3 minit untuk larutan tuning masuk ke peralatan.
- (k) Tekan 'Stop' dan 'Start' semula
- (l) Perhatikan $n = 40$, klik 'Stop] dan 'Start' semula. Lakukan sebanyak 2 kali

- (m) Pada kekotak ICP-MS Tuning –Sensitivity ATUNE.U, pilih 'he.U –C:\JPCHEM\17500'
- (n) Lakukan sebanyak 3 kali seperti (k)

- (o) Klik 'Fail' pilih 'Generate Multi-Mode Report'
- (p) Masukkan tarikh hari ini. Klik 'OK'
- (q) Masukkan tarikh sekali lagi dan klik 'Save'

3.4 Mewujudkan Fail Method

- (a) Pergi ke 'Methods', klik 'Edit Entire Methods', klik 'OK'



- (b) Pada 'Method Comments', masukkan tarikh dan nama pengguna, klik 'OK'
- (c) Seterusnya Klik 'Ok' dan 'OK'

| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 6 daripada 8 |

Periodic Table, 'Clear All', pilih unuser.

- (d) Klik Periodic Table, klik 'Clear All' dan pilih unuser yang ingin dicerap. Kemudian klik 'OK'
- (e) Semak semula dengan hardcopy Table 1, unsur yang dipilih sama ada menggunakan He atau No gas. Jika tidak ubah mengikut Table 1 berkenaan.
- (f) Klik 'OK'
- (g) Pada kekotak Peristaltic Pump Program, klik 'OK'
- (h) Pada kekotak Chromatographic Analysis Settings, klik 'OK'
- (i) Pada kekotak Set Correction, klik 'OK'
- (j) Pada kekotak Select Reports, klik 'OK'
- (k) Pada kekotak FullQuant Report Option, klik 'OK'
- (l) Pada kekotak Edit Analysis Parameters, klik 'OK'
- (m) Pada kekotak Edit Calibration – C:\ICPCHEM\CALIB\SAHA.C, klik 'New..'

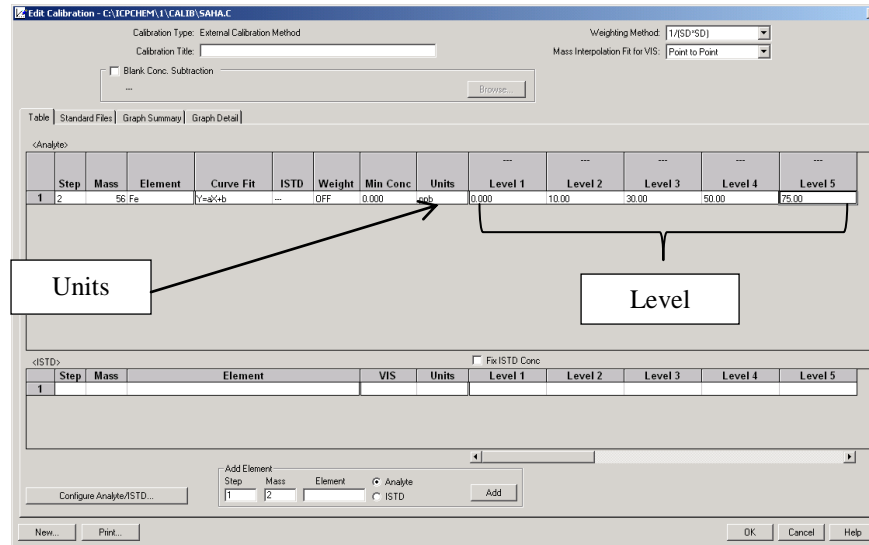
New

| <Analyte> | | | | | | | | | | | | |
|-----------|------|----------|-----------|------|--------|----------|-------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Step | Mass | Element | Curve Fit | ISTD | Weight | Min Conc | Units | 001_std.d# | 002_std.d# | 003_std.d# | 004_std.d# | 005_std.d# |
| | | | | | | | | Level 1 | Level 2 | Level 3 | Level 4 | Level 5 |
| 1 | 2 | 55 Mn | Y=a*x+b | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 2 | 2 | 56 Fe | Y=a*x+b | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 3 | 2 | 63 Cu | Y=a*x+b | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 4 | 2 | 66 Zn | Y=a*x+b | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 5 | 2 | 75 As | Y=a*x+b | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 6 | 1 | 206 (Pb) | Excluded | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 7 | 1 | 207 (Pb) | Excluded | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |
| 8 | 1 | 208 Pb | Y=a*x+b | --- | OFF | 0.000 | ppb | 0.000 | 10.00 | 30.00 | 50.00 | 75.00 |

- (n) Pada kekotak Edit Calibration – C:\ICPCHEM\CALIB\SAHA.C, klik 'New..'
- (o) Pada kekotak 'New' pilih 'Load Element List from Current Method', klik 'OK'
- (p) Klik 'Yes'

| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 7 daripada 8 |

(q) Masukkan nilai pada 'Units' dan 'Level' seperti di bawah



(r) Masukkan nilai pada 'Units' dan 'Level' seperti di bawah

(s) Kemudian klik 'OK'

(t) Pada kotak 'Method Save Options' klik 'OK', seterusnya 'OK' dan 'Yes'

(u) Pergi semula ke 'Methods', pilih 'Save'

(v) Pergi ke 'Sequence' pilih 'Edit Sample Log Table'

(w) Masukkan nilai seperti di bawah:

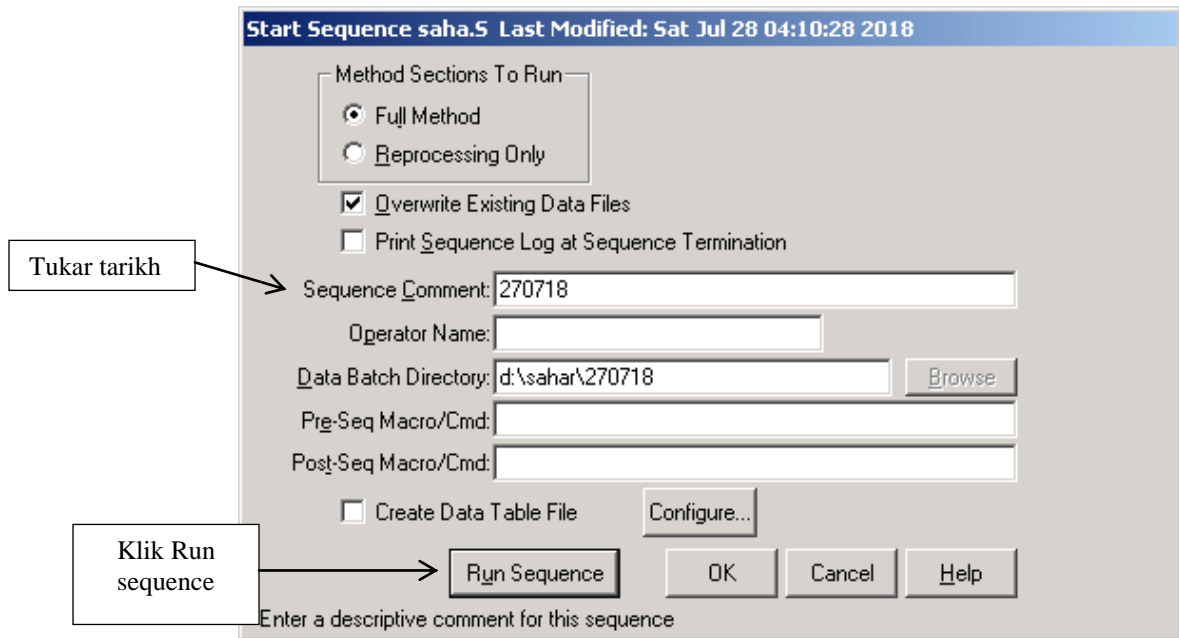
| | Method | Type | Vial | Data File | Sample | Comment | Dil/Lvl | Final WT or Vol |
|----|-----------------------------|---------|------|-----------|--------|---------|---------|-----------------|
| 1 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | CalStd | 1101 | std | | | Level 1 | |
| 2 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | CalStd | 1102 | | 10ppb | | Level 2 | |
| 3 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | CalStd | 1103 | | 30ppb | | Level 3 | |
| 4 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | CalStd | 1104 | | 50ppb | | Level 4 | |
| 5 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | CalStd | 1105 | | 75ppb | | Level 5 | |
| 6 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | CalStd | 1106 | | 100ppb | | Level 6 | |
| 7 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | Sample | 1107 | | 1 | | 1.000 | |
| 8 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | Sample | 1108 | | 2 | | 1.000 | |
| 9 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | Sample | 1109 | | 3 | | 1.000 | |
| 10 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | Sample | 1110 | | 4 | | 1.000 | |
| 11 | C:\ICPCHEM\1\METHODS\saha.M | Sample | 1111 | | 5 | | 1.000 | |
| 12 | | Keyword | | StandBy | | | | |
| 13 | | | | | | | | |
| 14 | | | | | | | | |
| 15 | | | | | | | | |

(x) Kemudian klik 'OK'

| | | | |
|-----------|--|-------------------------|-----------------------|
| UM | JABATAN KIMIA | Kategori | Arahan Kerja |
| | PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN ICP-MS BAGI ANALISIS SAMPEL | Dokumen No. | AK/JK.P/D/04 |
| | | Tarikh Semakan | 31.07.2018 1 |
| | | Mukasurat: | 8 daripada 8 |

3.5 Menjalankan Analisis Sampel

- Pergi semula pada 'Sequence', klik 'Save', 'OK' dan 'Yes'
- Klik semula 'Sequence', pilih 'Load and Run Sequence', klik 'OK'
- Kekotak Start Sequence akan muncul seperti di bawah :-



- Tukar tarikh pada 'Sequence Comment' ; dan
- Ikut directory seperti pada gambar dengan tarikh yang sama pada 'Sequence Comment'
- Klik 'Run Sequence'

4. PROSEDUR BERKAITAN

Instrument Usage/Service Application Procedure

GP-I-001

5. RUJUKAN SEMAKAN

| SEMAKAN | DISEDIAKAN | DISEMAK | TARIKH | CATATAN |
|---------|---|----------------|------------|------------------|
| 1 | Saharudin Zainal Mohd Hazni bin Abdul Taib | Fateh Ngaliman | 31.07.2018 | Isu kali pertama |