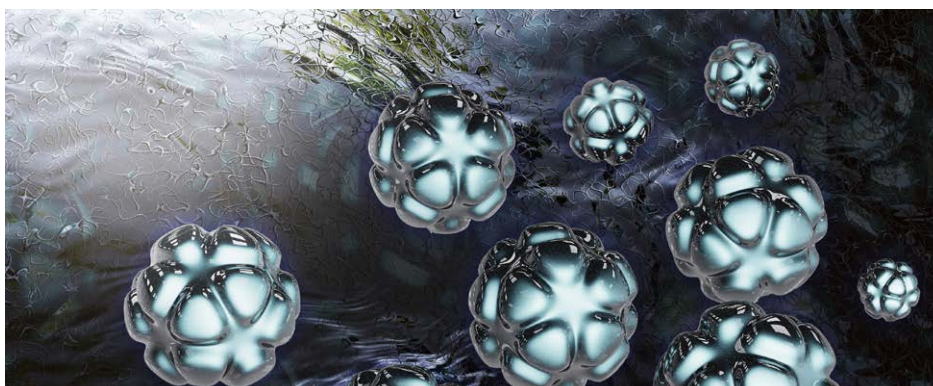


## 使用 Agilent 7800 ICP-MS 分析 10 nm 金纳米颗粒



### 作者

Glenn Woods  
安捷伦科技公司，英国

Steve Wilbur  
安捷伦科技公司，美国

### 前言

高灵敏度和低背景噪音对 ICP-MS 法检测小纳米颗粒至关重要。纳米颗粒电离生成的信号随粒径的立方而减小。这就要求检测极小颗粒（如 10 nm Au 颗粒 (NIST 8011)）时，ICP-MS 仪器的灵敏度远高于检测一般 NIST 参比物质（如 NIST 8012 (30 nm) 和 8013 (60 nm)）时的要求。

本研究证明了 Agilent 7800 ICP-MS 能够轻松达到测定 10 nm Au 纳米颗粒所需的信噪比，无需复杂的反应池气体或定制调谐条件即可实现。所采用的标准操作条件可轻松应用于含有其他元素（例如 Ag）的纳米颗粒。

## 实验部分

所有测量均采用 Agilent 7800 ICP-MS。仪器中配备标准 MicroMist 同心雾化器，并采用带 1.5 mm 内径石英炬管（7800 中的选件）的双通道石英雾化室。

快速 TRA (FTRA) 功能（7800 中的可选功能）允许采用 100  $\mu$ s 的积分时间，无需稳定时间，有助于明确界定各个纳米颗粒的峰形。

仪器在无气体模式下运行（八极杆反应系统 (ORS) 反应池未加压），原因是 Au 检测不存在常见的多原子干扰，以及无气体模式因不需要清除多原子干扰，可为常规样品检测提供最简单、灵敏度最高的 ORS 条件。

仪器经过调谐后可达到 Au 检测的最大灵敏度，只需调节离子体和透镜参数，使仪器在  $m/z$  197 对 2% 左右的氧化物获得最佳灵敏度。这样可得到响应为 116319 cps (232638 cps/ppb) 的 0.5 ppb Au 离子标样信号。空白响应为 10.12 cps，因此背景等效浓度为 43.5 ppq。

采用 ICP-MS MassHunter 单纳米颗粒应用模块自动创建包括所有采集、数据分析参数以及推荐样品列表在内的方法。

样品序列包括：

1. 空白和 0.5 ppb 离子校准标样，用于确定仪器对 Au 的响应因子
2. NIST 8012 (30 nm Au)，用于 ICP-MS MassHunter 自动计算雾化效率
3. NIST 8011 (10 nm Au) 参比粒径标样
4. NIST 8011 与 8012 的混合物，作为待分析未知样品

ICP-MS MassHunter 单纳米颗粒应用模块自动计算标样和样品的相关结果。结果显示为常见的“批数据概览”表形式，并提供每个样品的详细图形结果。

| Sample                   |      |           |                     |               |             | 197 Au                 |                         |                |                              |                   |                |                  |                      |          |                   |
|--------------------------|------|-----------|---------------------|---------------|-------------|------------------------|-------------------------|----------------|------------------------------|-------------------|----------------|------------------|----------------------|----------|-------------------|
| ☑                        | Rjct | Data File | Acq. Date-Time      | Type          | Sample Name | FullQuant Signal (CPS) | Nebulization Efficiency | # of Particles | Particle Conc. (particles/l) | Mass Conc. (ng/l) | Mean Size (nm) | Median Size (nm) | Most Freq. Size (nm) | BED (nm) | Ionic Conc. (ppb) |
| <input type="checkbox"/> |      | 001IONB.d | 8/9/2017 6:55:01 AM | IonicBlk      | Blank       | 10.12                  |                         |                |                              |                   |                |                  |                      |          | 0.0000            |
| <input type="checkbox"/> |      | 005IONS.d | 8/9/2017 7:20:00 AM | IonicStd (AN) | 0.5ppb      | 116319.30              |                         |                |                              |                   |                |                  |                      |          | 0.5000            |
| <input type="checkbox"/> |      | 002_RM.d  | 8/9/2017 7:01:16 AM | RM            | NIST 8012   | 2202.34                | 0.065                   | 1120           | 4.8E+7                       | 9.6               | 26             | 26               | 26                   | 8.74     | 0.1369            |
| <input type="checkbox"/> |      | 003SMPL.d | 8/9/2017 7:07:30 AM | Sample        | NIST 8011   | 584.23                 | 0.065                   | 740            | 3.2E+7                       | 0.3               | 10             | 10               | 10                   | 5.40     | 0.0397            |

图 1. 表格式结果 — 离子校准标样、NIST 8012 参比物质和 NIST 8011 10 nm Au（作为待分析未知样品）

## 结果

图 1 表明清晰检出了 NIST 8011 的 Au 信号，平均粒径和最常见粒径均为 10 nm。该结果与标准值具有良好的一致性。

NIST 8011 的背景等效粒径 (BED) (即特定样品的最小可检测粒径) 约为 5 nm。这表示 10 nm 的测定结果恰好大于背景值。

图 2 所示为 NIST 8011 样品的图形结果。该图显示了单颗粒 TRA 图中的“峰” (左)、信号分布图 (右) 和粒径分布图 (中)，清晰显示出粒径集中在 10 nm 左右。

系统将采用精细的平滑算法，以基线噪音自动计算颗粒检测阈值，从而实现了小颗粒信号与基线噪音的分离。在信号分布图中，阈值由垂直红条表示，可在必要时手动调整。

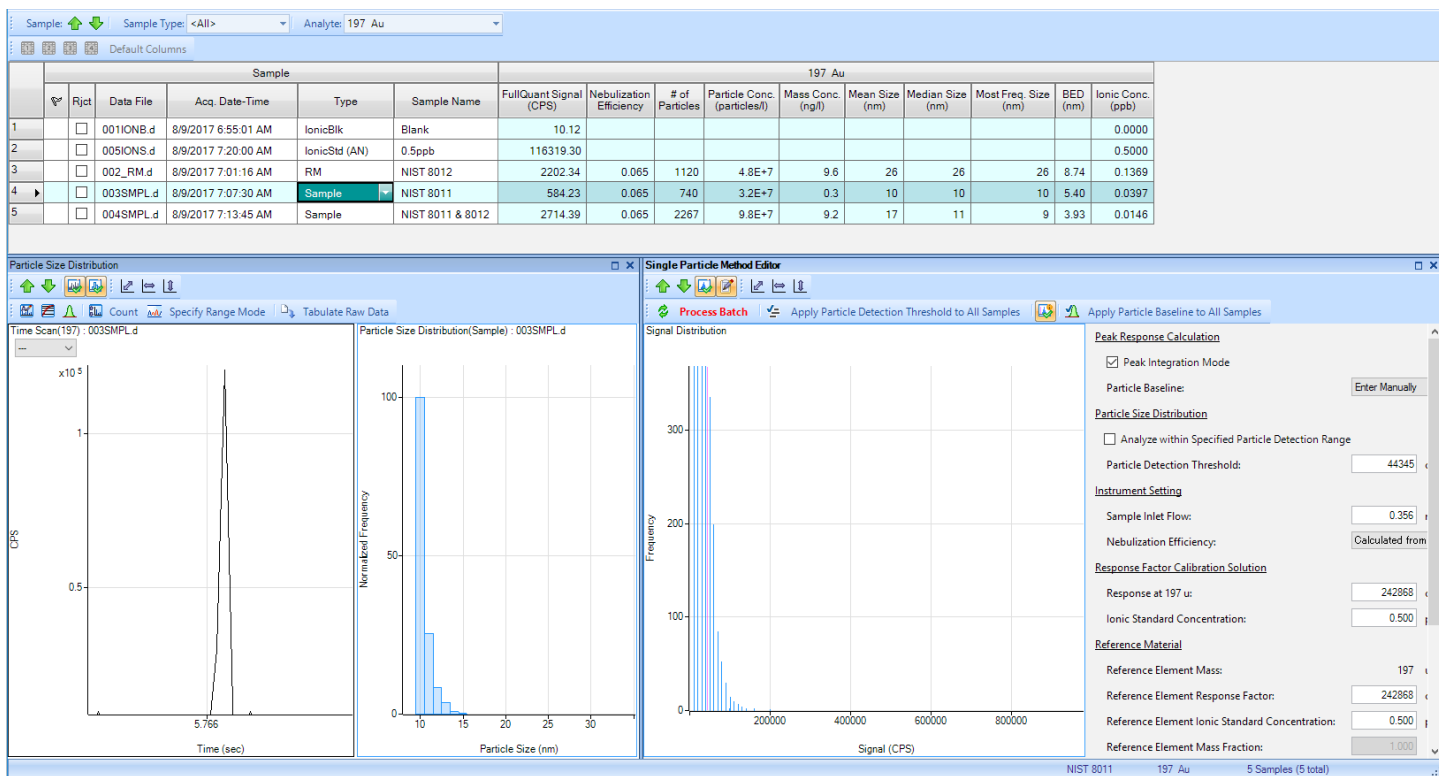


图 2. 显示整个样品序列的表格结果以及选定样品 NIST 8011 10 nm Au 图形结果的 ICP-MS MassHunter 纳米颗粒数据分析窗格

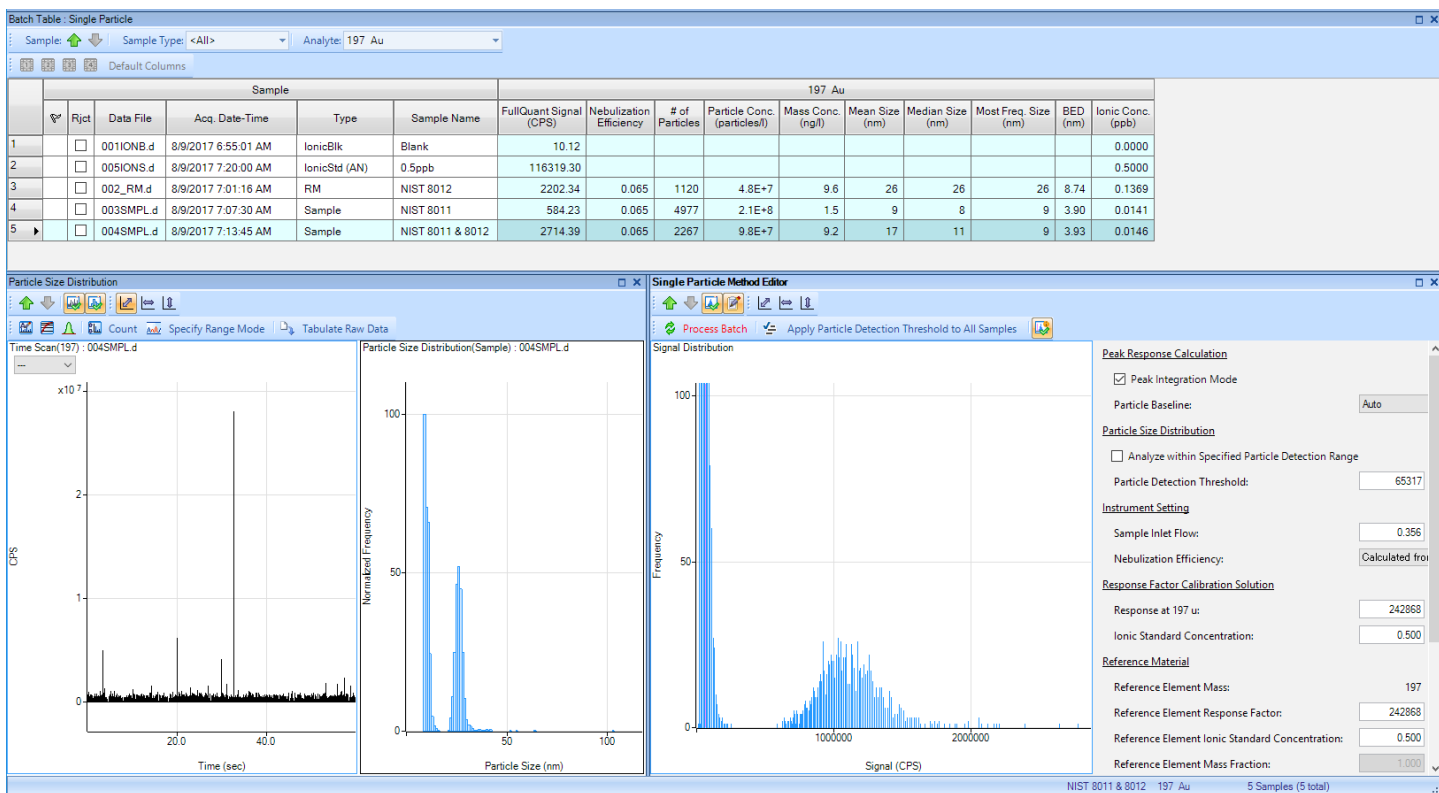


图 3. 数据分析面板，显示由 NIST 8011 与 8012 混合而成的参比物质（含 10 和 30 nm 颗粒）的图形结果

图 3 所示的数据分析面板与含 10 nm 和 30 nm 颗粒混合物的选定样品相同。信号分布图和粒径分布图清晰显示了已得到充分分离的两种粒径颗粒群。左侧 FTRA 图为原始时间分辨数据中测定的峰高不同（表示不同粒径）的多个峰。

## 结论

本研究创建了一种检测和表征 10 nm Au 纳米颗粒以及 10 nm 与 30 nm 纳米颗粒混合物的简单方法。

该方法将无气体模式与 ICP-MS MassHunter 简单而功能强大的单颗粒应用模块相结合，利用了 Agilent 7800 ICP-MS 高灵敏度和易于优化的特点。

借助方法向导，只需轻点几下鼠标即可完成方法开发，之后便能够自动分析短样品序列。

单颗粒分析的速度非常快，每个样品通常仅需 60 秒。本简报介绍了包括校准、雾化效率测定和样品分析在内的整个序列，用时少于半小时。

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

**800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)**

联系我们：

**LSCA-China\_800@agilent.com**

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017  
2017 年 12 月 19 日，中国出版  
5991-8827ZHCN