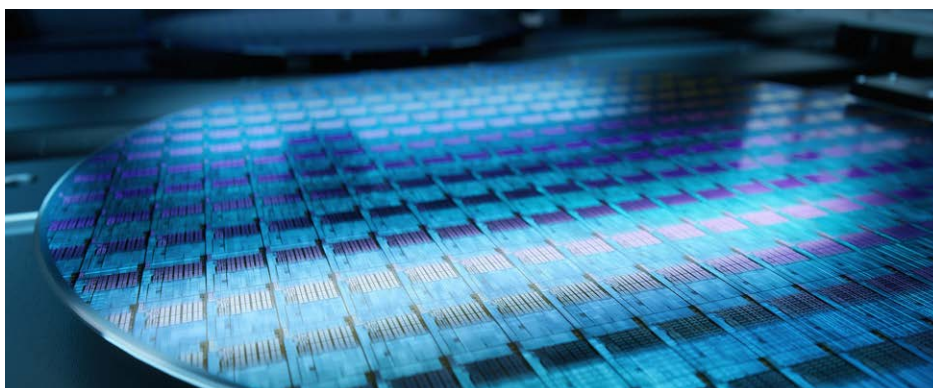


使用配备 m 透镜的 Agilent 9500 ICP-MS/MS 分析高纯试剂中的超痕量元素

利用 ICP-MS/MS 预置方法在热等离子条件下取得低背景值



作者

Rentaro Yamashita
安捷伦科技有限公司

前言

在半导体试剂分析和金属基材料表征领域，控制痕量金属污染物十分关键。高纯化学品，例如硝酸 (HNO_3) 和硫酸 (H_2SO_4)，以及高纯金属，其检测分析流程需要达到亚 ppt 级检出限 (DLs)，同时具备出色的稳健性与重现性。为了满足这些需求，配备双池耦合碰撞反应系统 (DCS)^[1] 以及搭配了 m 透镜的 Agilent 9500 串联四极杆 ICP-MS (ICP-MS/MS) 提供了一个高度稳定的分析平台，能够在热等离子体条件下取得低背景值以及可靠的性能。

m 透镜经过精心设计，可有效抑制包括易电离元素（如 Na 和 K）在内的各种元素的背景信号，这些元素在热等离子体条件下通常会表现出较高的背景等效浓度 (BECs)。配备 m 透镜的 9500 ICP-MS/MS 适用于分析金属消解液和其它同时需要稳健性能及低背景样品^[2]。除此之外，它同样适用于低基质高纯度试剂的分析，能够对简单基质样品实现亚 ppt 级杂质检测^[3]。

安捷伦的 ICP-MS/MS 产品组合，支持用户根据自己的检出限要求及使用需求选择合适的仪器型号。对于追求超低检出限的实验室而言，配备 s 透镜的 Agilent 8900 半导体型号 ICP-MS/MS 具备超高灵敏度，适用于开展超痕量定量分析的实验室。9500 ICP-MS/MS 配备 m 透镜，可实现稳健、高灵敏度的检测，是常规痕量检测应用的理想选择。9500 适用于并非所有元素都需要超低检出限，但对数据质量、结果重现性有高要求的实验室。

在本研究中，我们采用专门为低基质、高纯试剂设计的方法，评估了 9500 ICP-MS/MS 的性能。使用仪器软件中分别适用于超纯水 (UPW) 和 H₂SO₄ 的预置方法 — UPW 方法同样适用于 HNO₃ 和 H₂O₂ — 我们分别对 1% HNO₃ 以及高纯 H₂SO₄ 进行了分析。两种基质中的目标分析元素均实现了亚 ppt 级检出限和低背景。这些结果表明，配备 m 透镜的 9500 ICP-MS/MS 可用于半导体级试剂的超痕量杂质分析，以及高要求的金属基样品应用需求。

实验部分

试剂、样品前处理与校准

样品前处理所用的 UPW 由 Puric ω II (Organo Corp, Japan) 制备，所用的硝酸为 Tamapure-AA-10 级 HNO₃，硫酸为 Tamapure-AA-100 级 H₂SO₄，均购自日本 Tama Chemicals。使用以下多元素标准品制备校准标液和加标溶液：XSTC-7、XSTC-8 和 XSTC-331 (SPEX CertiPrep LLC, USA)。除非另有说明，本研究中报告的所有浓度均以 w/w% 表示。分析前，将 HNO₃ 样品稀释至 1%，将 H₂SO₄ 样品稀释至 9.8%。

使用 9500 ICP-MS/MS 分析标准溶液，绘制多点组成的校准曲线。标准溶液采用基体匹配方式，标准溶液浓度为 0、5、10、20 和 30 ng/kg (ppt)，溶剂为 1% HNO₃ 或 9.8% H₂SO₄。DLs 按照空白信号标准偏差的 3 倍进行计算，BECs 由空白溶液信号平均值除以校准曲线斜率得到。对一份空白溶液进行了 5 次重复测试，利用得到的重复测定结果计算 DLs 与 BECs。

仪器

本研究使用配备 m 透镜和安捷伦 I-AS 自动进样器的 9500 ICP-MS/MS，并由 Agilent OpenLab ICP-MS 1.1 版软件进行控制。样品引入系统专为超痕量金属分析而设计，包括带 I-AS 采样针的 MicroFlow PFA 雾化器（自吸模式运行）、温控石英雾化室和 2.5 mm 内径的石英矩管。使用带铜基座的铂采样锥和带镍基座的铂截取锥（适用于 m 透镜）。

9500 ICP-MS/MS 采用五种调谐模式运行：无气体模式、高性能氦气碰撞模式 (AHM)、O₂ 模式、NH₃ 模式以及 H₂ 模式。对于 H₂SO₄ 样品，增加了专用调谐模式用于铂 (Pt) 和锌 (Zn) 的检测，以确保最佳性能（表 1）。利用反应和碰撞气体，可以有效消除来自氙等离子体以及基质相关多原子离子的质谱干扰。补偿气流量和 Omega 透镜电压参数均通过针对 m 透镜的预置方法进行自动优化，从而获得稳定的 CeO/Ce 比率（保持在大约 1%–3% 之间）。

表 1. Agilent 9500 ICP-MS/MS 操作参数

参数	无气体	无气体 (Pt)*	AHM	AHM (Zn)*	O ₂	NH ₃	H ₂
扫描模式	单四极杆			MS/MS			
RF 功率 (W)	1500						
雾化气流量 (L/min)	0.7						
补偿气流量 (L/min)	自动调谐						
提取电压 1 (V)	0						
提取电压 2 (V)	-80						
Omega 透镜电压 (V)	自动调谐						
Q1 偏置电压 (V)	-5	6	-5		0		
He 流量 (mL/min)	—	—	14		—	1	—
H ₂ 流量 (mL/min)	—	—	—	—	—	—	6
O ₂ 流量 (mL/min)	—	—	—	—	0.4	—	—
NH ₃ 流量** (mL/min)	—	—	—	—	—	3 (30%)	—
动能歧视 (V)	5		-4.2	-3	-7		-2

* 仅适用于 H₂SO₄ 样品。 ** 10% NH₃, 90% He 混合气

结果与讨论

对于两种酸性基质 (1% HNO₃ 和 9.8% H₂SO₄)，所有目标元素在各自校准区间内均表现出优异的线性，相关系数 $r > 0.99$ 。两种基质中的大多数元素均实现了亚 ppt 级 DLs 和 BECs，证实了该方法灵敏度可满足高纯试剂中超痕量杂质控制的分析需求 (表 2)。

尤其值得注意的是 H₂SO₄ 中 Zn 的检测性能，由于基质相关的背景干扰较高，例如 ³²S³²S、³²S³⁴S、³⁴S³⁴S 在 m/z 64、66 和 68 处的干扰，其检测历来被认为难度较高。本研究使用双池耦合碰撞反应系统 (DCS) 下的高性能氦气碰撞模式 (AHM) 以及针对 Zn 的专属调谐参数，获得了 0.64 ppt 的 DL 和 0.89 ppt 的 BEC。这些结果表明，即使在热等离子体条件下，该方法也能实现有效的背景抑制和强大的干扰消除能力。

结论

本研究采用针对 1% HNO₃ 和 9.8% H₂SO₄ 的预置方法，评估了配备 m 透镜的 Agilent 9500 ICP-MS/MS 在高纯度试剂超痕量分析方面的性能。所有元素均获得了亚 ppt 级或个位数 ppt 级检出限，且背景等效浓度极低，表明在热等离子体条件下可以轻松实现超痕量检测。双池耦合碰撞反应系统 (DCS) 能够有效消除基质相关干扰，而高性能氦气碰撞模式 (AHM) 针对 H₂SO₄ 基质中 Zn 等难测元素，提供了高效可靠的检测方案。结果表明，9500 ICP-MS/MS 及便捷的预置方法，可以提供高灵敏度、低背景的检测数据，为刚接触超痕量分析的实验室提供了一套易于上手的入门方案。

参考文献

1. Sugiyama, N. 双池耦合碰撞反应系统 (DCS) 和高性能氦气碰撞模式 (AHM)，安捷伦出版物，[5994-8985ZHCN](#)
2. Yamashita, R. 利用 Agilent 9500 ICP-MS/MS 分析高纯钛，安捷伦出版物，[5994-9024ZHCN](#)
3. Sakai, K.; Shimamura, Y. Ultrapure Process Chemicals Analysis by ICP-QQQ with Hot Plasma Conditions (使用 ICP-MS/MS 在热等离子体条件下进行超纯制程化学品分析)，安捷伦出版物，[5994-4025EN](#)

表 2. 各分析元素的调谐模式、实测 m/z 以及 DLs 和 BECs 计算结果。DLs 和 BECs 均由同一份空白溶液 5 次重复测定得出 ($n = 5$)。信号未检出的分析元素报告为 ND (未检出)

分析元素	调谐	Q1	Q2	1% HNO ₃		9.8% H ₂ SO ₄	
				DL (ppt)	BEC (ppt)	DL (ppt)	BEC (ppt)
Li	无气体	—	7	0.05	< DL	0.05	< DL
B	无气体	—	11	0.98	2.08	2.04	6.08
Na	NH ₃	23	23	0.16	0.17	0.19	1.42
Mg	NH ₃	24	24	0.02	< DL	0.08	< DL
Al	NH ₃	27	27	0.06	< DL	0.17	< DL
K	NH ₃	39	39	0.25	0.71	0.41	2.04
Ca	H ₂	40	40	0.04	0.06	0.16	0.20
Ti	O ₂	47	63	—	—	1.30	< DL
Ti	O ₂	48	64	0.02	< DL	—	—
V	AHM	—	51	ND	ND	—	—
V	NH ₃	51	51	—	—	0.08	< DL
Cr	NH ₃	52	52	0.06	0.06	0.14	0.24
Mn	AHM	—	55	0.04	< DL	0.12	< DL
Fe	NH ₃	56	56	0.33	0.49	0.41	1.13
Co	AHM	—	59	0.02	< DL	0.02	< DL
Ni	AHM	—	60	0.20	< DL	0.51	< DL
Cu	AHM	—	63	0.14	0.21	0.22	0.25
Zn	AHM	—	66	0.10	< DL	—	—
Zn	AHM (Zn)	—	68	—	—	0.64	0.89
As	O ₂	75	91	0.06	< DL	0.05	< DL
Sr	AHM	—	88	ND	ND	ND	ND
Mo	AHM	—	95	0.02	< DL	0.06	< DL
Cd	AHM	—	111	0.03	< DL	ND	ND
Sn	AHM	—	118	0.21	< DL	0.25	0.48
Sb	AHM	—	121	0.05	< DL	0.06	< DL
Ba	AHM	—	137	0.06	< DL	0.14	< DL
W	AHM	—	182	ND	ND	0.01	< DL
Pt	无气体	—	195	0.15	2.52	—	—
Pt	无气体 (Pt)	—	195	—	—	0.13	0.34
Pb	AHM	—	208	0.03	0.03	0.10	0.26

本应用中使用的产品

安捷伦产品

产品类型	描述	部件号
样品引入系统	9500 ICP-MS 石英炬管, 内径 2.5 mm, 用于水性样品分析	M5150-67011
	9500 ICP-MS 石英连接管, 直型	M5150-67014
	9500 ICP-MS 石英雾化室, 直通型	M5150-67017
	MicroFlow PFA 雾化器, 带 I-AS 采样针, 自吸流速 200 µL/min	G3139-65102
接口	ICP-MS 铂采样锥, 用于 9500 ICP-MS, 铜基座	M5150-67002
	铂截取锥, 镍基座, 用于 m 透镜	G8400-67073
	提取-Omega 透镜组件, m 透镜, 黄铜基座	M5150-67023
管线工具包	易安装蠕动泵管, 米色热塑性材质, 黄色/蓝色, 内径 1.52 mm, 用于排废	5005-0022
瓶工具包	废液容器工具包, 包括 10 L 废液瓶、S60 StaySafe 溶剂瓶安全盖、接头和酸蒸气过滤器	5005-0437

查找当地的安捷伦客户中心:

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

www.agilent.com/chem/9500icpqqq

DE-013695

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, 2026
2026 年 4 月 9 日, 中国出版
5994-9062ZH-CN