

使用配备创新碰撞/反应池的 ICP-MS 对土壤和沉积物进行快速可靠分析

利用 Agilent 9500 ICP-MS/MS 和双池耦合碰撞反应系统实现高通量和低检出限



作者

Tetsuo Kubota
安捷伦科技有限公司

前言

自从 ICP-MS 仪器商业化以来，其高灵敏度和多元素分析能力使其成为定量分析土壤和沉积物中痕量元素的理想技术，尤其适用于支持环境监测和满足法规要求。为帮助实验室在这些重要的环境应用中过渡到 ICP-MS 技术，美国国家环境保护局 (EPA) 于 2007 年首次发布了基于性能规范的 6020 检测方法，并在 2014 年再次修订发布了 6020B 方法^[1]。6020B 方法至今仍在全球范围内被广泛使用，主要通过 ICP-MS 技术对固体废弃物与废水中的砷 (As)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、硒 (Se) 和铅 (Pb) 等多种元素开展定量检测。

以往，实验室在使用 6020B 方法进行样品分析时，主要采用配备碰撞/反应池 (CRCs) 的单四极杆 ICP-MS (SQ ICP-MS) 仪器完成检测工作。实验室通常会联用多种采集策略来控制干扰，包括：对无干扰元素和低质量数元素采用无气体模式；对受多原子离子干扰的元素采用氦气 (He) 碰撞模式；以及采用半质量数模式来校正双电

荷离子 (M^{2+}) 干扰。多年来，实验室一直借助这种多模式联用方案来满足 6020B 方法的性能和质量控制 (QC) 要求。

如今，Agilent 9500 串联四极杆 ICP-MS 搭载双池耦合碰撞反应系统 (DCS)，引入了两种创新的池气体模式，即高性能氦气碰撞模式 (AHM) 和空气反应模式^[2,3]。这两种模式可简化干扰消除流程，提高分析性能，并加快分析速度。

- AHM
 - 显著提升低质量数待测元素的检测灵敏度，同时在整个质量数范围内高效消除各类质谱干扰
 - 无需频繁切换多种检测模式，一种气体模式即可替代无气体模式、常规氦气模式及高能 (HE) 氦气模式
- 空气反应模式
 - 利用环境空气中的氧气 (O_2) 作为反应池气体，改善部分元素的检出限 (DLs)
 - 有效消除干扰，包括氦气碰撞模式下难以消除的 M^{2+} 干扰
 - 无需 O_2 气瓶，降低运营成本，简化工作流程

本研究选取了一系列环境有证标准物质 (CRMs)，以代表高通量环境检测实验室中日常检测的样品类型。此类实验室为提升行业竞争力，极为重视整体检测效率，因此本研究对 9500 ICP-MS/MS 配置和分析方法进行了优化，尽可能提高样品通量。根据 6020B 规定的标准对方法性能进行了评估。

实验部分

仪器

所有检测工作均使用 Agilent 9500 ICP-MS/MS 进行，仪器配备以下标准组件：超高基质进样 (UHMI)、镍 (Ni) 接口锥和独特的 DCS 池。9500 和 DCS 的设计特点及功能可参阅其他文献^[2,3]。

9500 还配备了可选的安捷伦快速阀进样系统 (AVS MS)，以提高检测效率。AVS MS 采用高速活塞泵，可与 Agilent SPS 4 和 SPS 6 自动进样器无缝集成实现样品输送，从而满足大多数环境检测实验室的高通量需求。UHMI 采用气溶胶稀释技术，可确保 9500 具有高基质耐受性。AVS MS 通过大幅缩短每次检测过程中仪器接触样品的时间，进一步提高了对大批量高基质样品检测的稳健性。

方法参数（推荐的元素列表、优选同位素、积分时间、内标等）直接从 Agilent OpenLab ICP-MS 软件内的“EPA 6020B”预置方法加载，使分析人员能够快速创建新的批处理方法。选择 UHMI-4 后，表 1 中所有等离子体参数均自动载入。

表 1. Agilent 9500 ICP-MS/MS 操作参数

	高性能氦气碰撞模式 (AHM)	空气反应模式
等离子体模式	UHMI-4	
RF 功率 (W)	1600	
采样深度 (mm)	12	
雾化气流量 (L/min)	0.94	
稀释气流量 (L/min)	0.16	
提取电压 1 (V)	-11.2	
提取电压 2 (V)	-300	
Omega 偏转	-200	
Omega 透镜	-5.0	
池气体流量 (mL/min)	14	0.4
前动能歧视 (V)	10	-1

表 2. 安捷伦 AVS MS 操作参数

	时间 (s)	速度 (%)
上样	11	50
稳定	18	5
针头冲洗	15	5
第 1 次冲洗	6	80
第 2 次冲洗	35	5
可选的定量环针头清洗	10	50
可选的定量环清洗	1	50
降低样品消耗量选项	3	-
样品分析周期	122	-

化学品与试剂

采用来自日本 Kanto Chemical Co. Inc. 的高纯度 (EL 级) 1% 硝酸 (HNO₃) 和 0.5% 盐酸 (HCl) 混合溶液作为空白溶液、稀释液和冲洗液。对于大多数元素, 校准标样、加标溶液和连续校准验证 (CCV) 溶液均由安捷伦多元素环境校准标样配制, 而初始校准验证 (ICV) 溶液则由安捷伦混合多元素 ICV 标准品配制而成。Li、Al、Mn、Zn、Sr 和 Hg 的校准标样由 1000 ppm 单元素储备液 (Kanto Chemical Co., Inc.) 配制。内标 (ISTD) 混合溶液包含 Sc、Ge、Rh、In、Tb 和 Lu, 同样由 1000 ppm 单元素储备液 (Kanto Chemical Co., Inc.) 配制。

标样和样品前处理

所有标样和待测样品均为 1% HNO₃ 和 0.5% HCl 的酸基质体系。ICP-MS 分析通常会在样品中加入 HCl 以确保锑 (Sb) 和汞 (Hg) 等元素的稳定性。9500 ICP-MS/MS 的 AHM 碰撞池模式可消除所添加的氯化物基质形成的所有 Cl 相关干扰。

按照图 1 所示浓度范围制备包括校准空白在内的 6 个校准标样。“矿物元素”是指 Na、Mg、Al、K、Ca、Mn、Fe 和 Zn。

对于运行过程中的 QC, 采用了 ICV 和 CCV 标样。

CRMs 包括水中微量元素 (NIST 1643f)、河流沉积物 A、河流沉积物 B、土壤 A 和土壤 B (High Purity Standards)。所有 CRMs 均以预消解溶液的形式提供。NIST 1643f 直接进样检测, 未进行稀释, 其他 CRMs 则使用 1% HNO₃ 和 0.5% HCl 酸基质稀释了 10 倍。含有 1 ppm Sc、Ge、Rh、In、Tb 和 Lu 的 ISTD 溶液通过 AVS MS 阀第七个专用端口自动在线添加。ISTD 溶液的流速约为样品流速的 1/15, 这是通过使用小内径泵管实现的。

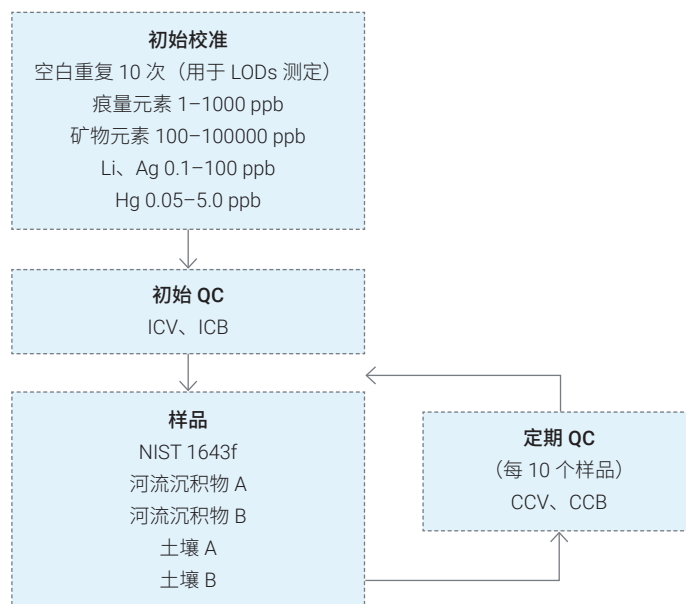


图 1. 校准标样、QC 溶液和样品的分析序列。Agilent 9500 ICP-MS/MS 对样品模块进行重复分析, 每分析 10 个样品后自动插入定期 QC 模块

结果与讨论

检出限 (LODs)

所有 28 种待测元素均采用 9500 ICP-MS/MS 在 AHM 模式下进行检测, 部分元素 (K、Ca、V、As 和 Se) 还在空气反应模式下进行检测, 采集参数如表 1 所示。检出限 (LODs) 根据试剂空白溶液 10 次测量的标准偏差乘以 3 计算得出 (表 3)。

传统上采用无气体模式分析的 Li、Be 等低质量数元素, 借助 9500 ICP-MS/MS 的 DCS 在 AHM 模式下运行, 可实现低 LODs。此外, 即便缩短积分时间 (从 3 秒缩短为 1 秒), AHM 对 Se 的 LOD 仍较传统 He 模式低约一个数量级。

使用 9500 ICP-MS/MS DCS 的空气反应模式, 可降低 K 背景, 将 LOD 从 AHM 下的 0.97 µg/L 降至 0.029 µg/L。对于 V、As 和 Se 等易与 O₂ 发生反应的元素, 空气反应模式利用基于氧气的质量转移反应 (例如, As⁺ → AsO⁺), 相较传统 He 模式可提升检测灵敏度、降低背景干扰。采用空气反应模式检测 Ca, 展示了 DCS 消除 M²⁺ 干扰的能力 (消除 ⁸⁸Sr²⁺ 对 ⁴⁴Ca⁺ 的干扰)。

痕量元素的 LODs 大多在低 ng/L (ppt) 范围, 证实了 9500 ICP-MS/MS 对复杂环境样品痕量分析的高灵敏度。

表 3. 空白样品中待测元素的积分时间和 LODs

待测元素	DCS 池模式	积分时间 (s)	LOD (µg/L)
7 Li	AHM	0.3	0.0013
9 Be	AHM	0.3	0.0006
23 Na	AHM	0.1	0.096
24 Mg	AHM	0.1	0.020
27 Al	AHM	0.3	0.024
39 K	AHM	0.1	0.970
39 -> 39 K	空气	0.1	0.029
44 Ca	AHM	0.1	0.260
44 -> 60 Ca	空气	0.1	0.410
51 V	AHM	0.3	0.0014
51 -> 67 V	空气	0.3	0.0004
52 Cr	AHM	0.3	0.0035
55 Mn	AHM	0.1	0.0051
56 Fe	AHM	0.1	0.011
59 Co	AHM	0.3	0.0003
60 Ni	AHM	0.3	0.0025
63 Cu	AHM	0.3	0.0040
66 Zn	AHM	0.1	0.0044
75 As	AHM	1	0.0006
75 -> 91 As	空气	1	0.0004
78 Se	AHM	1	0.0057
78 -> 94 Se	空气	1	0.0068
88 Sr	AHM	0.3	0.0028
95 Mo	AHM	0.3	0.0009
107 Ag	AHM	0.3	0.0002
111 Cd	AHM	0.3	0.0003
121 Sb	AHM	0.3	0.0049
137 Ba	AHM	0.3	0.0004
201 Hg	AHM	1	0.0001
205 Tl	AHM	0.3	0.00004
Pb*	AHM	0.3	0.0005
232 Th	AHM	0.3	0.00004
238 U	AHM	0.3	0.00002

* 按铝同位素 206+207+208 的总和报告

ICV

在 6020B 方法中，ICV 的推荐控制限为实际值的 ±10%。所有待测元素的检测结果均在该范围内（表 4）。ICV 溶液含有 1000 µg/L Sr，Sr²⁺ 会对 Ca 造成干扰，导致 AHM 模式下的回收率偏高。而空气反应模式可利用与 O₂ 的质量转移反应有效消除 Sr²⁺ 干扰，得到的回收率为 93.9%。

长期稳定性

为了证明 9500 ICP-MS/MS 的稳健性，在约 8 小时内连续分析了 180 个样品和 38 份 QC 溶液。

图 2 显示了整个八小时序列分析中原始 ISTD 响应的回收率，该回收率已根据校准空白进行了归一化。所有样品均通过了 > 70% 的测试标准，漂移幅度极小。回收率数据表明，9500 的等离子体非常稳定且具有基质耐受性，能够在八小时连续分析中有效减少基质沉积。ISTD 图还显示，9500 能够很好地控制信号抑制，各种不同质量和不同电离能的元素均可获得一致的内标物信号。这些结果表明，配备 UHMI 的 9500 ICP-MS/MS 具有长期稳定性和出色的基质耐受性。

表 4. ICV 回收率

待测元素	DCS 池模式	ICV		
		实测浓度 (µg/L)	实际浓度 (µg/L)	回收率 (%)
7 Li	AHM	9.84	10	98
9 Be	AHM	102	100	102
23 Na	AHM	10000	10000	100
24 Mg	AHM	9900	10000	99
27 Al	AHM	9520	10000	95
39 K	AHM	10200	10000	102
39 -> 39 K	空气	10100	10000	101
44 Ca	AHM	12600	10000	126
44 -> 60 Ca	空气	9390	10000	94
51 V	AHM	96.7	100	97
51 -> 67 V	空气	98.7	100	99
52 Cr	AHM	97.8	100	98
55 Mn	AHM	9570	10000	96
56 Fe	AHM	9940	10000	99
59 Co	AHM	99.5	100	100
60 Ni	AHM	99.6	100	100
63 Cu	AHM	103	100	103
66 Zn	AHM	9830	10000	98
75 As	AHM	98.0	100	98
75 -> 91 As	空气	98.0	100	98
78 Se	AHM	98.7	100	99
78 -> 94 Se	空气	99.2	100	99
88 Sr	AHM	988	1000	99
95 Mo	AHM	93.7	100	94
107 Ag	AHM	99.4	100	99
111 Cd	AHM	99.7	100	100
121 Sb	AHM	96.4	100	96
137 Ba	AHM	99.1	100	99
201 Hg	AHM	0.524	0.5	105
205 Tl	AHM	106	100	106
*Pb	AHM	104	100	104
232 Th	AHM	99.4	100	99
238 U	AHM	101	100	101

* 按铝同位素 206+207+208 的总和报告

准确分析 CRMs

在整个序列中，5 种 CRMs 每个均分析了 18 次，然后计算了每种元素的平均浓度和回收率（表 5）。大部分认证元素，包括数百 mg/L (ppm) 级的常量元素和低至 10 µg/L (ppb) 的痕量元素，回收率均在 ±10% 偏差范围内。并非所有元素在每种

标准物质中都有对应的标准值，表 5 的空白单元格即表明缺乏对应的标准值。对于河流沉积物 A 中的 Co，加标回收实验显示回收率良好（20 µg/L 加标浓度下回收率为 94.6%），表明 CRM 可能受到了污染。

表 5. CRM 待测元素标准值回收率。浓度单位 µg/L

n = 18		NIST 1643f			HPS 河流沉积物 A		
待测元素	DCS 池模式	实测平均浓度 (µg/L)	标准浓度(µg/L)	回收率 (%)	实测平均浓度 (µg/L)	标准浓度(µg/L)	回收率 (%)
7 Li	AHM	15.4 ± 0.178	16.6	93	0.267 ± 0.172	-	-
9 Be	AHM	12.9 ± 0.159	14	94	0.346 ± 0.235	-	-
23 Na	AHM	18900 ± 198	18830	100	51500 ± 753	50000	103
24 Mg	AHM	7320 ± 70.9	7454	98	70600 ± 881	70000	101
27 Al	AHM	121 ± 16.5	134	90	257000 ± 2700	250000	103
39 K	AHM	1840 ± 12.9	1933	95	143000 ± 1100	150000	96
39 -> 39 K	空气	2000 ± 25.0	1933	104	151000 ± 2770	150000	101
44 Ca	AHM	29200 ± 219	29430	99	282000 ± 3030	300000	94
44 -> 60 Ca	空气	29100 ± 473	29430	99	311000 ± 6680	300000	104
51 V	AHM	33.7 ± 0.274	36	93	232 ± 2.04	250	93
51 -> 67 V	空气	33.7 ± 0.435	36	93	226 ± 3.86	250	90
52 Cr	AHM	17.4 ± 1.41	19	94	286000 ± 2440	300000	95
55 Mn	AHM	34.3 ± 1.70	37	92	7440 ± 72.7	8000	93
56 Fe	AHM	80.3 ± 12.6	93	86	1180000 ± 10900	1200000	98
59 Co	AHM	24.0 ± 0.259	25	95	118 ± 1.61	100	118
60 Ni	AHM	55.5 ± 0.667	60	93	497 ± 7.97	500	99
63 Cu	AHM	20.7 ± 0.336	22	95	964 ± 14.9	1000	96
66 Zn	AHM	70.3 ± 1.22	74	94	14100 ± 135	15000	94
75 As	AHM	52.8 ± 0.417	57	92	536 ± 6.80	600	89
75 -> 91 As	空气	53.5 ± 0.625	57	93	543 ± 6.28	600	91
78 Se	AHM	10.8 ± 0.146	12	92	18.3 ± 0.568	20	92
78 -> 94 Se	空气	10.9 ± 0.182	12	93	18.3 ± 1.37	20	92
88 Sr	AHM	304 ± 1.94	314	97	2.77 ± 1.65	-	-
95 Mo	AHM	104 ± 0.532	115	90	1.87 ± 0.707	-	-
107 Ag	AHM	0.913 ± 0.062	1.0	94	0.668 ± 0.448	-	-
111 Cd	AHM	5.42 ± 0.081	6.0	92	95.0 ± 1.37	100	91
121 Sb	AHM	50.0 ± 0.475	55	90	448 ± 4.17	0	-
137 Ba	AHM	477 ± 3.14	518	92	457 ± 4.27	500	91
201 Hg	AHM	0.004 ± 0.001	-	-	0.0371 ± 0.0094	-	-
205 Tl	AHM	6.71 ± 0.079	-	-	9.51 ± 0.0720	10	95
*Pb	AHM	18.6 ± 0.327	18	101	6950 ± 39.5	7000	99
232 Th	AHM	0.006 ± 0.006	-	-	18.6 ± 0.113	20	93
238 U	AHM	0.010 ± 0.008	-	-	9.50 ± 0.0972	10	95

* 按钋同位素 206+207+208 的总和报告

表 5 (续). CRM 待测元素标准值回收率。浓度单位 µg/L

n = 18		HPS 河流沉积物 B			HPS 土壤 A			HPS 土壤 B		
待测元素	DCS 池模式	实测平均浓度 (µg/L)	标准浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实测平均浓度 (µg/L)	标准浓度 (µg/L)	回收率 (%)	实测平均浓度 (µg/L)	标准浓度 (µg/L)	回收率 (%)
7 Li	AHM	1.11 ± 0.196	-	-	0.608 ± 0.135	-	-	0.617 ± 0.146	-	-
9 Be	AHM	0.270 ± 0.172	-	-	0.304 ± 0.188	-	-	0.256 ± 0.161	-	-
23 Na	AHM	50600 ± 510	5000	101	70500 ± 658	70000	101	100000 ± 855	100000	100
24 Mg	AHM	121000 ± 737	12000	101	70900 ± 508	70000	101	81200 ± 506	80000	101
27 Al	AHM	633000 ± 3610	60000	105	526000 ± 3360	500000	105	731000 ± 4720	700000	104
39 K	AHM	189000 ± 1170	20000	94	186000 ± 1670	200000	93	195000 ± 2010	210000	93
39 -> 39 K	空气	199000 ± 3360	20000	100	202000 ± 1810	200000	101	207000 ± 2370	210000	99
44 Ca	AHM	286000 ± 2730	30000	95	336000 ± 1750	350000	96	115000 ± 471	125000	92
44 -> 60 Ca	空气	298000 ± 5070	30000	99	353000 ± 8550	350000	101	128000 ± 3110	125000	103
51 V	AHM	997 ± 6.85	100	100	91.9 ± 0.710	100	92	726 ± 5.37	800	91
51 -> 67 V	空气	966 ± 15.3	100	100	91.6 ± 1.06	100	92	720 ± 11.2	800	90
52 Cr	AHM	13800 ± 170	1500	92	1.04 ± 0.814	-	-	364 ± 6.78	400	91
55 Mn	AHM	5470 ± 55.0	600	91	103 ± 42.3	100	103	90100 ± 661	100000	90
56 Fe	AHM	373000 ± 2960	40000	93	187000 ± 1540	200000	93	326000 ± 2990	350000	93
59 Co	AHM	141 ± 2.22	15	94	2.54 ± 0.149	-	-	95.5 ± 1.35	100	95
60 Ni	AHM	480 ± 7.65	50	96	273 ± 3.17	300	91	180 ± 2.98	200	90
63 Cu	AHM	925 ± 15.4	100	92	284 ± 4.34	300	94	2840 ± 31.8	3000	94
66 Zn	AHM	4530 ± 77.2	500	91	962 ± 38.3	1000	96	63800 ± 662	70000	91
75 As	AHM	196 ± 2.56	20	98	182 ± 2.28	200	91	5300 ± 75.2	6000	88
75 -> 91 As	空气	194 ± 1.64	20	98	184 ± 1.42	200	92	5420 ± 57.7	6000	90
78 Se	AHM	10.1 ± 0.418	1.0	101	9.18 ± 0.355	10	92	1.49 ± 0.166	-	-
78 -> 94 Se	空气	9.50 ± 0.583	1.0	95	9.06 ± 0.557	10	91	1.50 ± 0.300	-	-
88 Sr	AHM	3.30 ± 0.117	-	-	3.37 ± 0.0832	-	-	1.35 ± 0.0555	-	-
95 Mo	AHM	4.10 ± 0.158	-	-	0.379 ± 0.100	-	-	1.10 ± 0.105	-	-
107 Ag	AHM	0.300 ± 0.115	-	-	0.551 ± 0.225	-	-	0.266 ± 0.156	-	-
111 Cd	AHM	28.4 ± 0.323	3.0	91	3.17 ± 0.0855	3	96	191 ± 2.61	200	92
121 Sb	AHM	36.7 ± 0.377	4.0	92	29.5 ± 0.209	30	98	362 ± 3.02	400	91
137 Ba	AHM	3690 ± 27.8	400	92	4630 ± 37.2	5000	93	6440 ± 52.1	7000	92
201 Hg	AHM	0.033 ± 0.008	-	-	0.0280 ± 0.00870	-	-	0.0470 ± 0.0148	-	-
205 Tl	AHM	9.50 ± 0.103	1.0	95	0.0640 ± 0.0204	-	-	0.491 ± 0.0432	-	-
*Pb	AHM	1930 ± 14.9	200	97	389 ± 3.65	400	97	58600 ± 269	60000	98
232 Th	AHM	92.8 ± 0.636	10	93	94.0 ± 0.666	100	94	95.3 ± 0.543	100	95
238 U	AHM	27.7 ± 0.231	3.0	92	9.43 ± 0.124	10	94	235 ± 3.33	250	94

* 按铅同位素 206+207+208 的总和报告

基质加标回收率

土壤 A 10 倍稀释液的基质加标 (MS)、基质加标重复样品 (MSD) 及相对差异 (RPD) 结果如表 6 所示。由于土壤 A 中 Na、Mg、Al、K、Ca、Fe 和 Ba 元素的浓度高于 100 µg/L 加标浓度，因此未给出这些元素的加标回收率。但图 5 中土壤 A 的 CRM 回收率结果表明，上述所有常量元素均能准确分析。其他元素的回收率基本在 ±10% 偏差以内，MS 与 MSD 之间的相对差异小于 3.5%，证明了方法的准确性。

表 6. 土壤 A CRM 10 倍稀释液基质加标 (MS)/基质加标重复样品 (MSD) 的加标浓度回收率和相对差异 (RPD)

待测元素	DCS 模式	土壤 A 实测浓度 (µg/L)	土壤 A MS 实测浓度 (µg/L)	土壤 A MSD 实测浓度 (µg/L)	土壤 A MSD 回收率 (%)	RPD MS/MSD (%)
7 Li	AHM	0.061	9.650	9.710	96	0.6
9 Be	AHM	0.030	18.900	19.000	95	0.6
51 V	AHM	9.19	28.8	28.7	98	0.1
51 -> 67 V	空气	9.16	29.1	29.2	100	0.6
52 Cr	AHM	0.104	19.3	19.3	96	0.3
55 Mn	AHM	13.3	9270	9440	94	1.8
59 Co	AHM	0.254	19.4	19.3	95	0.9
60 Ni	AHM	27.3	47.8	47.5	101	0.6
63 Cu	AHM	28.4	49.7	49.6	106	0.3
66 Zn	AHM	96.2	9590	9560	95	0.3
75 As	AHM	18.2	38.6	38.3	100	0.9
75 -> 91 As	空气	18.4	38.7	38.5	100	0.4
78 Se	AHM	0.918	20.0	19.8	94	1.1
78 -> 94 Se	空气	0.906	20.1	19.5	93	3.1
88 Sr	AHM	0.337	10.1	9.92	96	2.2
95 Mo	AHM	0.038	18.7	18.6	93	0.8
107 Ag	AHM	0.055	19.1	19.0	95	0.3
111 Cd	AHM	0.289	19.5	19.5	96	0.1
121 Sb	AHM	2.95	22.3	22.4	97	0.6
201 Hg	AHM	0.003	0.483	0.481	96	0.3
205 Tl	AHM	0.006	19.8	19.8	99	0.1
*Pb	AHM	38.9	60.5	60.7	109	0.4
232 Th	AHM	9.40	29.4	29.9	103	1.7
238 U	AHM	0.943	20.3	20.4	97	0.5

* 按铅同位素 206+207+208 的总和报告

检测 M²⁺ 基质中的 Ca、As 和 Se

第二电离能较低的元素若浓度较高，易形成 M²⁺ 离子，会对质量数为其一半的待测元素产生质谱干扰（例如 ⁸⁸Sr²⁺ 干扰 ⁴⁴Ca⁺、¹⁵⁰Nd²⁺ 和 ¹⁵⁰Sm²⁺ 干扰 ⁷⁵As⁺、¹⁵⁶Gd²⁺ 和 ¹⁵⁶Dy²⁺ 干扰 ⁷⁸Se⁺）。然而，采用 DCS 的空气反应模式，可借助 O₂ 质量转移反应大幅削弱 M²⁺ 离子对目标离子的背景干扰^[4]。表 7 显示了在有 M²⁺ 干扰和无干扰的情况下，Ca、As 和 Se 的回收率结果。在 DCS 的 AHM 模式下，三种分析物的回收率因 M²⁺ 干扰而偏高，但在空气反应模式下回收率表现出色，为 100% ± 10%。

表 7. 在有 M²⁺ 干扰的情况下，土壤 A 10 倍稀释液中 Ca、As 和 Se 的回收率

待测元素 [DCS 模式]	土壤 A 标准值 (µg/L)	土壤 A (无干扰) 回收率 (%)	M ²⁺ 干扰物	M ²⁺ 干扰物 浓度 (µg/L)	土壤 A (有干扰) 回收率 (%)
44 Ca [AHM]	35000	94	Sr	10000	198
44 -> 60 Ca [空气]		98			107
75 As [AHM]	20	95	Nd 和 Sm	400 (各自)	132
75 -> 91 As [空气]		94			94
78 Se [AHM]	1.0	92	Gd 和 Dy	20 (各自)	288
78 -> 94 Se [空气]		105			100

结论

研究表明，配备独特双池耦合碰撞反应系统 (DCS) 和可选 AVS MS 不连续进样系统的 Agilent 9500 ICP-MS/MS 是土壤和沉积物样品高通量、多元素分析的理想选择。

采用 Agilent OpenLab ICP-MS 软件内置的 EPA 6020B 预置方法，并选择 UHMI-4 等离子体条件，能够快速设置仪器的操作参数，保障不同操作人员之间检测结果的稳定性。

该仪器具备耐受基质的等离子体（低 CeO/Ce 比）、UHMI 和 DCS，可有效解决高基质样品分析面临的挑战，包括信号漂移、离子抑制和质谱干扰，从而提供优化的分析工作流程。

采用 DCS 的高性能氦气碰撞模式 (AHM) 和空气反应模式，结合更短的积分时间，可大幅提高方法效率，每个样品可节省 5 到 10 秒。AHM 取代了传统的无气体模式、氦气 (He) 碰撞模式和高能氦气 (HEHe) 模式，实现单一模式通用；空气反应模

式则可直接取用实验室空气中的氧气，无需额外配备氧气瓶。9500 在 AHM 和空气反应模式下仍可保持超高灵敏度，大幅减少背景信号干扰。

总体而言，配备 DCS 的 9500 ICP-MS/MS 展现出优异的检测性能：

- 大多数元素的检出限可达到低 ng/L (ppt) 级
- 借助空气反应模式，可消除土壤样品中 Sr 与稀土元素 (REEs) 对 Ca、As、Se 的 M^{2+} 干扰
- 五种环境 CRMs 及基质加标样品中，所有认证元素的回收率均在 $100\% \pm 10\%$ 范围内，证实了使用 AHM 和空气反应模式能有效消除干扰
- ISTDs 和 CCVs 的回收率在 EPA 方法 6020 规定的限值范围内，证明方法在超过 8 小时的连续测量中具有出色的稳健性和重现性

搭载双池耦合碰撞反应系统与集成式 AVS MS 的 9500 ICP-MS/MS 能够对复杂环境样品进行高通量、常规分析。该方法符合 EPA 方法 6020 的要求，通过 AHM 与空气反应模式可有效消除多原子离子和 M^{2+} 干扰，提供准确的数据。

参考文献

1. U.S. EPA. 2014. "Method 6020B (SW-846): Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry," Revision 2. Washington, DC, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6020b-sw-846-inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry> (2026 年 4 月访问)
2. 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](#)
3. 配备双池耦合碰撞反应系统的 Agilent 9500 ICP-MS/MS 空气反应模式，安捷伦出版物，[5994-8987ZHCN](#)
4. Sugiyama, N. Solving Doubly Charged Ion Interferences using an Agilent 8900 ICP-QQQ (使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 解决双电荷离子干扰)，安捷伦出版物，[5994-1155EN](#)

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	石英样品引入系统，用于 9500 ICP-MS/MS	M5150-67107
	MicroMist 雾化器，用于 9500 ICP-MS/MS	M5150-67024
接口	ICP-MS 采样锥，用于 9500 ICP-MS/MS，镍尖铜基座	M5150-67000
	镍截取锥，用于配备 u 透镜的 9500 ICP-MS/MS	M5150-67005
	提取-Omega 透镜组件，u 透镜，不锈钢基座	M5150-67022
管线工具包	易安装蠕动泵管，PVC，白色/白色，内径 1.02 mm，用于样品	5005-0020
	易安装蠕动泵管，PVC，蓝色/橙色，内径 0.25 mm，用于内标	5005-0021
	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
	样品定量环，用于 ADS 2/AVS MS，1.50 mL，内径 1.00 mm	5005-0425
	AVS MS 预配置管线工具包，用于 9500 ICP-MS/MS	M5171-67001
瓶工具包	稀释液/载液 6 L 瓶工具包，包括 6 L 罐、GL45 StaySafe 溶剂瓶安全盖、接头和放空阀	5005-0435
	用于 ICP-MS 的稀释液 2 L PFA 瓶工具包，包括 2 L PFA 瓶、GL45 StaySafe 溶剂瓶安全盖、接头和放空阀	5005-0436
	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
化学标准品	初始校准验证标准品	5183-4682
	环境校准标准样	5183-4688

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-013879

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 6 月 1 日，中国出版
5994-9128ZHCN