

安捷伦 ICP-MS 期刊

2016 年 7 月 — 第 66 期

本期内容

- 2-3 新型 Agilent 8900 ICP-MS/MS 提供了更出色的性能和更高的灵活性
- 4 在创新的 Agilent 8800 ICP-MS/MS 的成功基础上再上台阶
- 5 使用单颗粒 ICP-MS/MS 表征纳米颗粒含量
- 6-7 安捷伦 ICP-MS/MS 在核应用中的优势
- 8 录制的网络研讨会：是否确定 ICP-MS 干扰已得到有效控制；安捷伦赞助欧洲冬季等离子体光谱化学会议的两个奖项；最新的安捷伦 ICP-MS 出版物

8900 ICP-MS/MS 特刊



Agilent Technologies

新型 Agilent 8900 ICP-MS/MS 提供了更出色的性能和更高的灵活性

Naoki Sugiyama 和 Ed McCurdy

安捷伦科技公司, 日本

安捷伦是四极杆 ICP-MS (ICP-QMS) 领域的全球市场领导者, 也是目前串联四极杆 ICP-MS (ICP-MS/MS) 的唯一供应商。ICP-MS/MS 采用串联质谱配置, 其中八极杆反应系统 (ORS) 碰撞反应池 (CRC) 将两个四极杆质量过滤器分隔开来。第一款 ICP-MS/MS 是 2012 年 6 月推出的 Agilent 8800, 这款仪器在推出后广受赞誉。

为何选择 ICP-MS/MS?

在 ICP-MS/MS 中, 第一个质量过滤器 Q1 位于 CRC 之前, 能够控制进入反应池的离子并与反应池气体相互作用。在 MS/MS 模式下, Q1 和 Q2 均作为单位质量过滤器运行; Q1 剔除了目标分析物离子以外的所有离子 (及任何原位质量干扰), 因此进入反应池的离子与样品基质组成无关。这意味着离子-分子反应化学过程是一致的, 因此结果更加准确可靠, 复杂应用的检测限 (DL) 也得到了改善。

在 ICP-MS/MS 中运行的 MS/MS 模式如图 1 所示, 以硒分析为例。

独特的应用性能

反应化学的选择性使 ICP-MS/MS 能够实现一些独特的功能。例如, 它能够使用反

应气体分离直接重叠的同量异位素, 重叠的两种不同元素的同位素具有相同质量数, 如 $^{204}\text{Hg}/^{204}\text{Pb}$ 。需要数十万质量分辨率 ($M/\Delta M$) 才可分离诸如此类的同量异位素直接重叠, 这远远超出市售高分辨率扇形磁场 ICP-MS 的分辨率, 扇形磁场 ICP-MS 的最高分辨率仅限于 10000。

MS/MS 模式还可提高丰度灵敏度 (AS), 减小峰拖尾产生的影响。AS 是衡量强峰对相邻质量数影响的指标。典型的四极杆 ICP-MS 的 AS 指标为 10^{-7} , 而 ICP-MS/MS 具有两个四极杆, 其 AS 为 $Q1 AS \times Q2 AS$ 的乘积, 因此理论上可获得 10^{-14} 的 AS。事实证明, 利用这一优异的 AS 性能, ICP-MS/MS 能够在各种应用中提供非常出色的峰分离效果, 包括有机溶剂中的痕量硼分析, 铁和全血中的超痕量锰分析, 以及对 U-236 和 I-129 等放射性同位素的痕量分析。

三种针对特定应用的型号

8900 ICP-MS/MS 具有一台高性能主机, 采用一种标准配置和两种针对特定应用的配置, 可解决从研究到日常应用的各种客户要求:

- **Agilent 8900 标准配置** — 在食品、环境、纳米颗粒表征、地质和临床研究实验室的典型应用中提供比四极杆 ICP-MS 更高的性能
- **Agilent 8900 #100 高级应用配置** — 适用于材料分析、生命科学、低含量 Si 和 S 分析以及研究。这款仪器具有更高的灵敏度、改善的反应池性能、低 Si 和 S 背景以及更宽动态范围

- **Agilent 8900 #200 半导体配置** — 包括惰性进样系统、铂接口锥、最高的灵敏度、最低检测限和冷等离子体功能, 为高纯半导体级试剂提供最高的性能

ICP-MS/MS 进展

全新 Agilent 8900 ICP-MS/MS 的性能和分析效率在上一代产品的基础上进行了改进。它具有更强的基质耐受性、更高的灵敏度、更低的 S 和 Si 背景 (在 8900 #100 和 #200 上) 以及更灵活的反应池气体选项。8900 配备的新型检测器具有用于单纳米颗粒分析的快速时间分辨分析 (TRA) 功能和高达 11 个数量级的动态范围。

技术改进满足了更多应用的需求

Agilent 8900 ICP-MS/MS 通过引入最新硬件和软件进展, 提高了它在更多应用中的性能:

- 8900 标准和高级应用配置上的超高基质进样 (UHMI) 功能。UHMI 采用安捷伦的专利气溶胶稀释技术, 将基质耐受性提高至最高 25% 总溶解态固体 (TDS), 与安捷伦四极杆 ICP-MS 系统市场领先的稳定耐用性相称
- 新型高增益电子倍增检测器支持快速 TRA 采集, 最短驻留时间 0.1 ms, 适用于单纳米颗粒表征 (spICP-MS)。8900 高级应用和半导体配置的检测器动态范围扩展至最高 11 个数量级 (8900 标准配置动态范围为 10 个数量级)

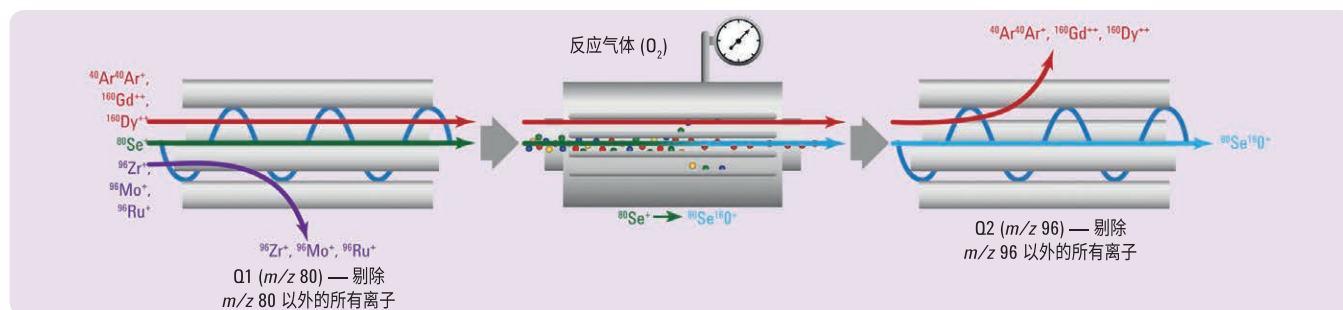


图 1. ICP-MS/MS: Q1 仅允许 m/z 80 的离子通过反应池, 所有其他离子均被剔除。 $^{80}\text{Se}^+$ 在反应池中与 O_2 反应气体反应转化为 $^{80}\text{Se}^{16}\text{O}^+$ 。 Q2 测量 m/z 96 的 SeO^+ 。 Zr、Mo 和 Ru 不会产生干扰, 因为它们已被 Q1 剔除

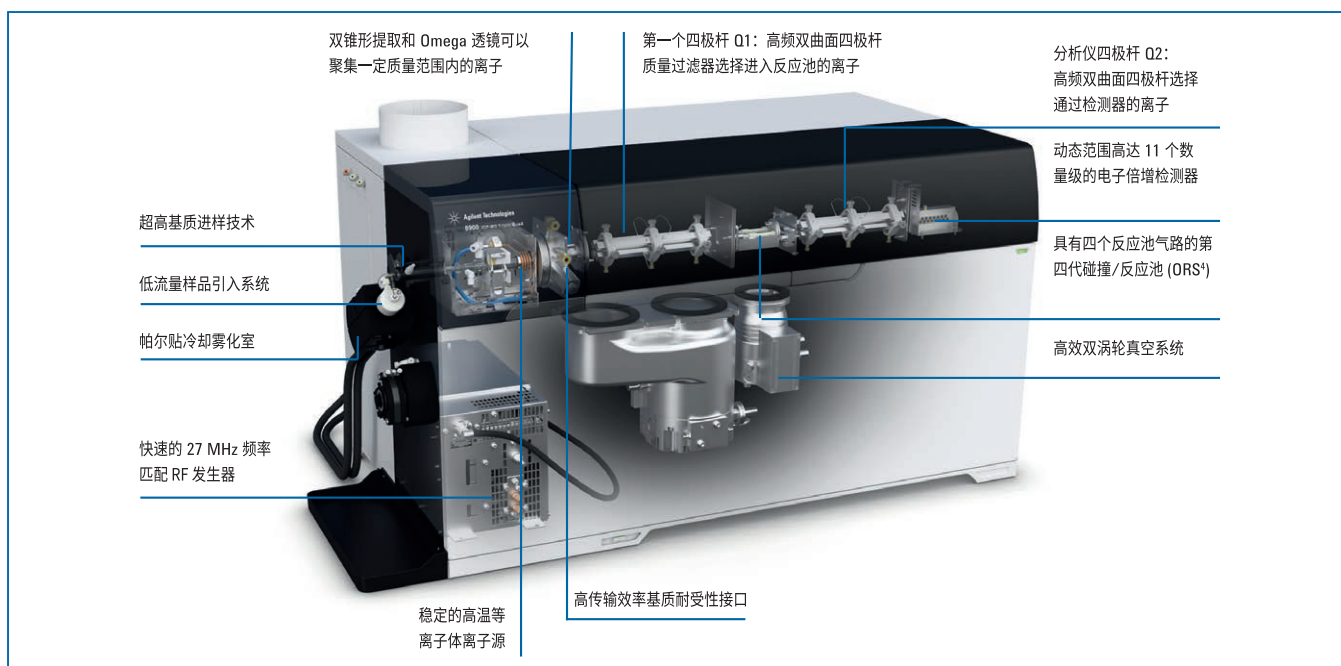


图 2. Agilent 8900 ICP-MS/MS 关键硬件组件的示意图

- 安捷伦可选 ISIS 3 样品引入附件与 8900 ICP-MS/MS 兼容，能够为高通量常规应用提供更高的分析效率
- 最新的 ICP-MS MassHunter 4.3 软件平台适用于当前所有的四极杆 ICP-MS 和 ICP-MS/MS 系统，其中包括的改进方法向导可简化并加快方法设置。软件提供了更多种类的预设方法，还包括额外的方法特定报告模板。ICP-MS MassHunter 的可选智能序列 QA/QC 软件模块现支持 ICP-MS/MS 以及四极杆 ICP-MS

Agilent 8900 ICP-MS/MS 仪器的主要特点如图 2 所示。

Agilent 8900 ICP-MS/MS 的性能特点 高灵敏度

灵敏度和信噪比 (S/N) 是 ICP-MS 的基本性能参数。8900 ICP-MS/MS 采用高传输效率的接口真空设计，已经在 Agilent 7900 四极杆 ICP-MS 上得到了充分验证。提取透镜系统的灵敏度也得到优化，因此 8900 ICP-MS/MS 高级应用和半导体配置现在的灵敏度是同等 8800 型号的两倍。

基于不同行业的应用要求，8900 半导体配置采用的新型“s 透镜”具有出色的冷等离子体性能。这种 s 透镜还可在常规热等离子体条件下提供比标准和高级应用配置中所用的“x 透镜”更高的灵敏度。x 透镜适用于在测量高基质样品（通常 $CeO^+/Ce^+ \leq 1\%$ ）时，需要在稳定热等离子体条件下获得良好灵敏度的常规应用。

低含量硫和硅分析功能

尽管采用氦 (He) 池模式的四极杆 ICP-MS 能够使大多数常测元素获得亚 ppt 级检测限，但在 ICP-MS/MS 推出之前，某些不常见元素的痕量分析对 ICP-MS 仍然具有挑战性。Si 和 S 等元素分别受到 CO^+/N_2^+ 和 O_2^+ 的严重光谱干扰。ICP-MS/MS 可利用 MS/MS 方法有效解决光谱干扰问题，但所达到的检测限仍受限于背景污染。

Si 和 S 普遍存在于实验室消耗品、备件和仪器组件所采用的许多材料中，导致分析背景较高。为最大程度减小 ICP-MS 硬件的影响，8900 高级应用和半导体配置的氦气流路中的关键组件已经被惰性更高的材料所替代。此举已成功降低了 S 和 Si 的背景信

号，能够使 S、Si 和 P 的检测限指标设定值达到 < 50 ppt；在工厂测试期间，此限值在每台 8900 #100 和 #200 上都进行过验证。这一检测限性能在 ICP-MS 中是前所未有的，为需要进行痕量 Si 和/或 S 分析的应用实现了重大突破，这些应用包括生命科学、制药/生物制药、石化及其他应用。

单纳米颗粒分析

8900 ICP-MS/MS 无疑是研究纳米颗粒 (NP) 最合适的 ICP-MS，原因有二：

- 高灵敏度和超低背景意味着可对粒径 10 nm 以下的含 Ag 和 Au 等元素的 NP 进行测量
- 对 Si 和 S 元素背景的有效去除结合对 MS/MS 模式下干扰物的有力控制，使 8900 ICP-MS/MS 能够表征含有 Si、Ti、Fe 和 S 等更复杂元素的 NP

展望

ICP-MS/MS 已广泛应用于世界各地的数百所工业、商业和研究/学术实验室中。8900 提供的改善性能使越来越多的实验室能够获益于 MS/MS 操作。

在创新的 Agilent 8800 ICP-MS/MS 的成功基础上再上台阶

Ed McCurdy

安捷伦科技公司, 英国

四极杆 ICP-MS (ICP-QMS) 是一种极其强大的技术, 广泛应用于各种样品类型的多元素分析中。自首款市售 ICP-MS 系统推出以来, 这一系统经过三十年的不断开发已解决了大多数早期问题, 其中包括:

- 基质耐受性相对较差
- 由多原子离子重叠引起的谱图干扰
- 浓度范围有限

安捷伦的 7800 和 7900 四极杆 ICP-MS 系统采用高基质进样 (HMI/UHMI) 技术可耐受最高 25% 的总溶解态固体 (TDS); 氦气 (He) 碰撞/反应池 (CRC) 模式提供了一种减少最常见多原子干扰的可靠方法; 新检测器技术支持最高 11 个数量级的动态范围。这几个特性的组合意味着在同一台仪器的相同条件下使用一次样品采集, 即可准确测量多数常见样品中的痕量分析物和常量元素。毫无疑问, ICP-MS 现在已经成为全球工业实验室、商业实验室和研究所中“金属”分析的实际标准方法。

仍然存在的挑战

然而, 这些实验室中用户要求的不断变化, 导致仍存在一些分析挑战。许多应用中的常见挑战包括:

- 要求在更复杂的样品中获得更低的检测限
- 需要去除种类更多的干扰, 例如双电荷离子和同量异位素重叠
- 希望将痕量分析扩展至范围更广的元素, 包括 Si、P、S、Cl...

解决方案: ICP-MS/MS 和 MS/MS

2012 年 6 月推出的 Agilent 8800 ICP-MS/MS 提供了一种新方法来满足这些新兴的应用要求。采用串联质谱配置的 8800 系统提供了一种应对干扰的全新方法。使用 MS/MS 控制进入 CRC 的离子, 能够使反应化学过程可靠地应用于棘手的干扰和重叠情况下。结果令人惊叹!

Agilent 8800 ICP-MS/MS 推出 4 年以来, 已经解决了地质化学、半导体、制药、石化、临床研究、环境以及食品分析等各行各业中的各种复杂应用。Agilent 8800 ICP-MS/MS 应用手册中引用的应用简报和出版物中介绍了应用范围 [1]。



图 2. Agilent 8800 应用手册, 第 2 版

不仅仅是一种研究工具

ICP-MS/MS 与常规四极杆 ICP-MS 相比具有更高的灵敏度、更低的检测限和更出色的准确度, 在各个方面均提升了 ICP-MS 性能。MS/MS 模式的使用也在研究和方法开发中引入了一些独特的测量功能, 主要包括:

- **产物离子扫描:** Q1 质量数固定; Q2 通过扫描测量由目标质量数和反应池气体形成的产物离子。用于鉴定分析时最有用的分析物产物离子

- **母离子扫描:** Q2 质量数固定; Q1 通过扫描使母离子按顺序进入反应池并发生反应。用于确定目标离子/产物离子质量数的重叠
- **中性获得扫描:** Q1 和 Q2 同步扫描, 采用固定的质量数差异。用于鉴定质量离子对、评价样品组分的活性并确认正确的同位素丰度



图 1. Agilent 8800 ICP-MS/MS

这些独特的方法开发工具使 ICP-MS/MS 成为高级研究所和学术机构的理想选择。但事实上, 迄今为止发货的一半以上的 8800 仪器都安装在商业或工业实验室中。这一现象清楚地表明 ICP-MS/MS 因其性能提升而实现的价值, 随着新型 Agilent 8900 ICP-MS/MS 引入的技术进展, 这种价值得到了进一步提高 [2]。

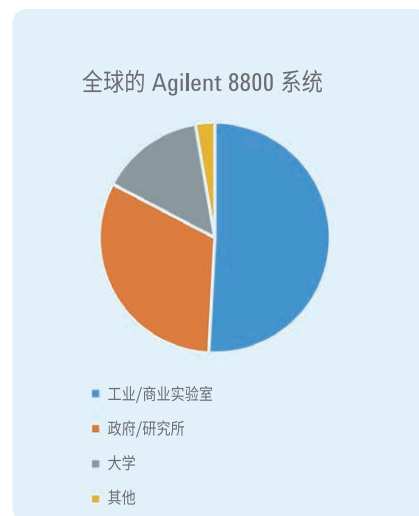


图 3. 2012 至 2016 年 Agilent 8800 ICP-MS/MS 用户的行业领域

参考文献

1. 安捷伦出版物 5991-2802CHCN
2. 安捷伦出版物 5991-6900CHCN

使用单颗粒 ICP-MS/MS 表征纳米颗粒含量

Michiko Yamanaka,
Takayuki Itagaki 和 Steve Wilbur
安捷伦科技公司

纳米颗粒 (NP) 的测量对于评价其对环境系统、食品安全和人体健康的影响非常重要。实现小纳米颗粒准确分析的关键因素在于分析仪器的灵敏度和背景信号，而 ICP-MS/MS 在这些特性方面均表现优异。

通过测量每个纳米颗粒在通过 ICP 并被原子化和离子化后的信号，来表征样品的纳米颗粒含量 (单颗粒 (sp) ICP-MS)。Agilent 8900 ICP-MS/MS 支持这种分析，该系统的检测器能够以 0.1 ms 的驻留时间进行快速时间分辨分析 (TRA)。8900 ICP-MS/MS 还提供了比四极杆 ICP-MS (ICP-QMS) 更有效的干扰去除功能，将纳米颗粒分析范围扩展至包括含有 Si、Ti、S 和 Fe 等元素的颗粒，而使用四极杆 ICP-MS 则难以对这些颗粒进行测量。

专用纳米颗粒软件

ICP-MS MassHunter 可选的单纳米颗粒应用模块可通过自动的方法和批量设置对 NP 进行数据采集和分析。在单颗粒模式下，这款软件能够自动鉴定背景信号，绘制频率分布图，并将测得的信号转化为粒径。

SiO₂ 纳米颗粒的分析

二氧化硅纳米颗粒在 ICP-MS 中有一些特殊问题，因为 Si 的主要同位素在质量数 28 处进行测量，与多原子离子 N₂ 和 CO 存在重叠。此外，Si 存在于多种常见聚合物、密封胶、清洁剂及其他实验室试剂中，因此其元素背景信号通常较高。

Agilent 8900 #100 (高级应用配置) 的新型氦气流系统利用惰性材料，最大程度降低 ICP-MS 硬件中的 Si (和 S) 污染产生的信号。这使 Si 的检测限指标可达到 < 50 ppt。

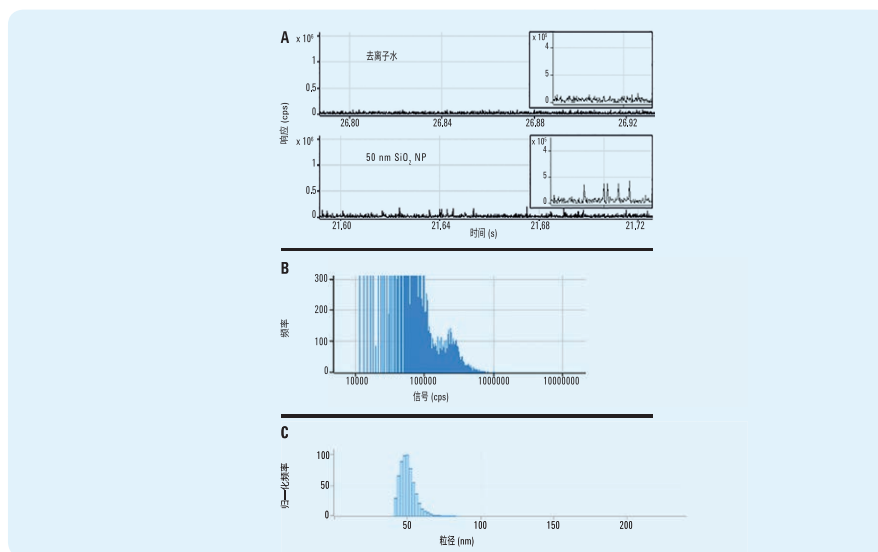


图 1. A: 测得的信号，B: 频率分布，以及 C: 50 nm SiO₂ 纳米颗粒的粒径 (40 ng/L)

MS/MS 模式与 H₂ 反应池气体可去除 N₂ 和 CO 干扰，从而实现低浓度 Si 的准确测量。这样可确保小颗粒 (50 nm 以下) 可与背景信号区分开来，使 SiO₂ NP 分析获得无可比拟的准确度，如图 1 所示。

spICP-MS/MS 方法可为粒径小于 100 nm 的 SiO₂ 颗粒提供较快的分析速度、粒径和浓度的优异检测限以及准确的结果 [1]。

10 nm 金纳米颗粒的分析

金是一种相对容易通过 ICP-MS 测量的元素，因为它不受常见光谱干扰的影响。然而，极小颗粒 (< 20 nm) 的检测对于 spICP-MS 仍然具有挑战性，因为由此类颗粒产生的信号较低。8900 ICP-MS/MS 具有低背景 (< 0.2 cps) 和高达 Gcps/ppm 的灵敏度，能够检测较小的颗粒。

研究中分析了三种 NIST Au NP 标准物质：NIST 8011 (标称直径 10 nm；透射电子显微镜 (TEM) 测得的值为 8.9 ± 0.1 nm)、NIST 8012 (标称直径 30 nm；透射电子显微镜 (TEM) 测得的值为 27.6 ± 2.1 nm) 和 NIST 8013 (标称直径 60 nm；透射电子显微镜 (TEM) 测得的值为 56.0 ± 0.5 nm)。10 nm、30 nm 和 60 nm 粒径的金纳米颗粒制备出的溶液浓度分别为 0.25 ng/L、5 ng/L 和 50 ng/L。图 2 示出 10 nm、30 nm 和 60 nm Au NP 混合物的粒径分布计算值，

证明使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 可准确分析混合溶液中多种粒径的颗粒，并获得良好的分辨率。测得结果的众数和均值与通过 TEM 获得的参比粒径高度一致 (表 1)。

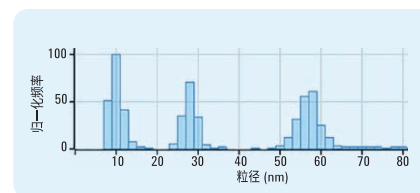


图 2. 10 nm、30 nm 和 60 nm 混合溶液中 Au NP 的粒径分布计算结果

表 1. Au NP 的粒径分布

归一化 粒径 (nm)	最常见粒径		平均粒径		通过 TEM 获得的参比 粒径 (nm)
	粒径 (nm)	RSD (%)	粒径 (nm)	RSD (%)	
10	10	0.0	9.2	3.3	8.9 ± 0.1
30	28	0.0	27.0	0.3	27.6 ± 2.1
60	56	1.8	57.2	0.4	56.0 ± 0.5

Agilent 8900 ICP-MS/MS 的低背景和高灵敏度能够对极小粒径的纳米颗粒进行单颗粒分析 [2]。

参考文献

1. 安捷伦出版物 5991-6596CHCN
2. 安捷伦出版物 5991-6944EN

安捷伦 ICP-MS/MS 在核应用中的优势

Yasuyuki Shikamori,
Naoki Sugiyama 和 Glenn Woods
安捷伦科技公司

前言

自 20 世纪 80 年代中期推出以来, ICP-MS 以其高灵敏度、简单的质谱图以及与传统液体样品引入系统的兼容性而广泛应用于核工业中。近年来, ICP-MS/MS 已经将核应用的范围扩展至涵盖碘-129、铀-236 和钐-237 等核示踪元素和环境污染物的超痕量测定。

分析人员和研究人员为何将 ICP-MS/MS 用于核应用?

ICP-MS/MS 为废液分析和职业暴露监测等现有核应用提供了出色的性能。超高的基质耐受性还能够应对棘手的应用, 例如对反应器冷却水和铀燃料中的痕量元素进行分析。ICP-MS/MS 的串联质谱配置还能够通过利用反应池方法的新应用解决光谱干扰。将超低背景噪音、高灵敏度和无可比拟的丰度灵敏度相结合, ICP-MS/MS 能够对之前难以分析的低浓度元素进行测定, 并分离同量异位素直接重叠。

超痕量 ^{129}I 的测定

高灵敏度和低背景对于准确测量 ^{129}I 以及 $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 比率至关重要, 因为 ^{129}I 受到同量异位素 ^{129}Xe (作为杂质存在于氙气等离子体气体中) 的光谱干扰, 并且 ^{129}I 自身的浓度极低。

利用 Agilent 8800 ICP-MS/MS 在 MS/MS 模式下以 O_2 作为反应气体测量 ^{127}I 和 ^{129}I , 如图 1 所示。表 1 显示了使用 ICP-MS/MS 获得的稀释 NIST SRM 3231 I 级和 II 级中 $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 的同位素比结果。

扣除 ^{129}I 空白后, 测得的 NIST 3231 SRM 的 $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 比率与认证值 0.981×10^{-6} (I 级) 和 0.982×10^{-8} (II 级) 具有较高的一致性。在之前的研究中, 精密度得到了显著改善, 对于 NIST 3231 II 级尤其如此, 因为 ICP-MS/MS 具有出色的信噪比 [1]。

表 1. NIST 3231 I 级和 II 级的 ICP-MS/MS I 同位素比。稀释倍数 = 10

NIST SRM 3231	$^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ (平均 n = 5)	RSD %
I 级 ($^{129}\text{I}/^{127}\text{I} = 0.981 \times 10^{-6}$)	0.981×10^{-6}	0.8
II 级 ($^{129}\text{I}/^{127}\text{I} = 0.982 \times 10^{-8}$)	1.02×10^{-8}	7.2

痕量 ^{236}U 同位素分析

在一项单独的研究中, 使用 ICP-MS/MS 测量 $^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$ 同位素比, 该比值可用于追踪浓缩铀燃料、乏核燃料和核废料的意外泄漏。

主要应用难题在于氢化物离子 $^{235}\text{UH}^+$ 对 $^{236}\text{U}^+$ 的干扰, 以及 $^{235}\text{U}^+$ 和 $^{238}\text{U}^+$ 峰拖尾对 m/z 236 处的影响。氢化物叠加和峰拖尾现象在经过浓缩的样品中更加严重, 因为这些样品中含有更高比例的 ^{235}U 。

使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 高级应用配置进行分析, 因为它具有高灵敏度和扩展的质量数范围, 能够测定以氧化物 (UO^+) 和二氧化物 (UO_2^+) 反应产物离子形式存在的铀。此处通过铀的二氧化物离子 UO_2^+ 对铀进行测定, 因为采用 O_2 作为反应池气体能够使 U^+ 高效转化为 UO_2^+ (转化率接近 100%)。

该方法与直接的原位质量测定 (UH^+/U^+) 相比, 成功地将氢化铀 ($\text{UO}_2\text{H}^+/\text{UO}_2^+$) 的影响降低了三个数量级。在 MS/MS 模式下采用 O_2 作为反应池气体时, 无需使用脱溶剂系统即可使氢化物比值达到 10^{-8} 量级。鉴于 ^{235}U 的天然丰度仅为 0.72%, 我们的结果表明使用该方法能够大大减小 ^{235}UH 对 ^{236}U 的干扰, 从而实现 10^{-10} 量级的 $^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$ 的测定。该方法有可能实现 $^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$ 同位素比的快速痕量分析, 从而可在核物质意外释放到环境中后提供关于全球性放射性沉降物的重要信息。

8900 ICP-MS/MS 的超低仪器背景噪音水平和高灵敏度可使铀的检测限达到 0.34 fg/g [2]。

存在铀时对钐 237 的分析

钐 (Np) 作为原子能发电的副产物产生, 是一种长期存在的放射性核素。主要同位素 ^{237}Np 在环境中具有极高的迁移性, 因为它 (与任何其他锕系元素相比) 更易于形成水溶液, 可附着于颗粒和胶质上, 并不易被捕集到土壤等腐殖质基质中。

MS/MS 模式下的 ICP-MS/MS 的丰度灵敏度 (AS)

含有 Np 的样品通常含有浓度极高的 U 。利用 ICP-MS 难以测定环境样品和核材料 (燃料或废料) 中的超痕量 ^{237}Np , 因为由较大的 ^{238}U 峰所产生的峰拖尾会造成重叠。

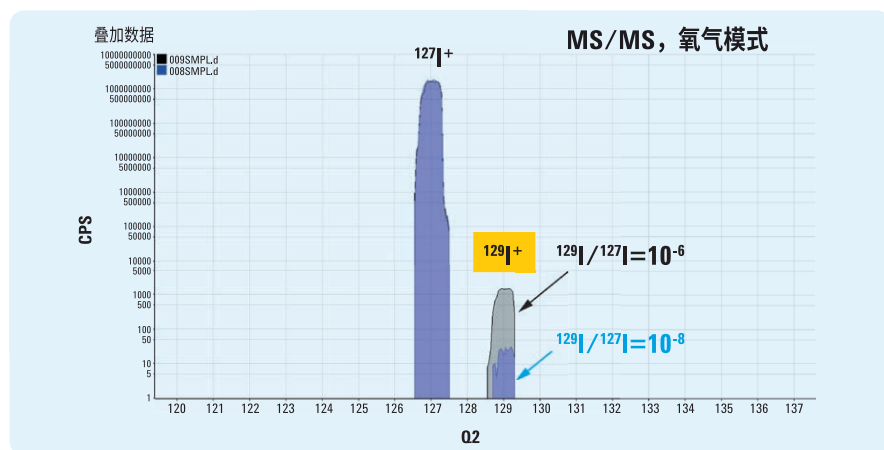


图 1. 使用 ICP-MS/MS 在 MS/MS 模式下以 O_2 为反应气体测得的 ^{127}I 和 ^{129}I 。将 NIST 3231 I 级 (黑色) 和 II (蓝色) 谱图进行叠加

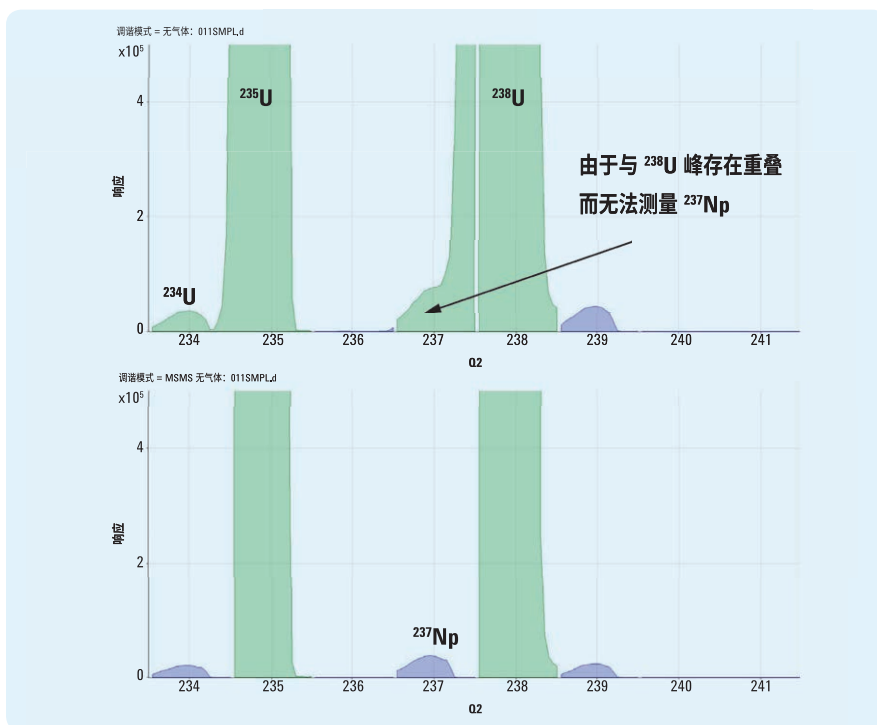


图 2. 使用 ICP-MS/MS 在单四极杆模式 (上图) 和 MS/MS 模式 (下图) 中获得的 10 ppm U 基质样品溶液中 100 ppt Np 的谱图。MS/MS 模式避免了强度较大的 ^{238}U 峰在低质量数侧产生的峰拖尾

四极杆 ICP-MS 仪器能够获得高达 1×10^{-7} 的 AS (一个 1×10^7 cps 的峰对相邻质量数的贡献为 1 cps), 因此强度远高于 10^7 cps 的峰将对峰的两侧产生显著影响。高分辨率扇形磁场 (HR-SF)-ICP-MS 具有比 ICP-QMS 更优异的分辨率 ($M/\Delta M$ 高达 10000), 但 AS 较低。因此, 相邻的峰表面上可能在质量数刻度上得到分离, 但强峰的峰拖尾可能仍然会影响相邻的质量数。ICP-MS/MS 具有无与伦比的峰分离能力, 因为丰度灵敏度性能是两个质量数分离度的乘积 ($Q1 \text{ AS} \times Q2 \text{ AS}$), 因此总 $\text{AS} \ll 10^{-10}$ 。

因此, ICP-MS/MS 能够成功分离 ^{237}Np 与 ^{238}U 叠加, 即使 U 的浓度高出多个数量级也是如此。这一结果在图 2 中示出, 图中显示了在单四极杆 (SQ) 模式 (上图) 和 MS/MS 模式 (下图) 下测得的 10 ppm U 基质中 100 ppt Np 的谱图。ICP-MS/MS 谱图表明 MS/MS 模式可提供优异的峰分离效果, 并完全消除了质量数 237 对相邻 238 峰的影响。

表 2. 使用 ICP-MS/MS 和 ICP-QMS 测量一系列 U 基质样品中的 ^{237}Np

样品名	8800 ICP-MS/MS		7900 ICP-QMS	
	报告的 ^{237}Np 浓度, $\mu\text{g/L}$	CPS	报告的 ^{237}Np 浓度, $\mu\text{g/L}$	CPS
1 ppm U — 未加标	0.0000	1.10	0.0016	570.48
1 ppm U, 0.1 ppb Np	0.1021	14942.85	0.1018	36525.19
1 ppm U, 1.0 ppb Np	1.0445	152806.38	1.0100	362304.66
10 ppm U — 未加标	0.0000	0.83	0.0154	5519.75
10 ppm U, 0.1 ppb Np	0.1029	15052.99	0.1152	41339.80
10 ppm U, 1.0 ppb Np	1.0486	153402.27	1.0196	365764.86
100 ppm U — 未加标	0.0000	3.97	0.1581	56728.76
100 ppm U, 0.1 ppb Np	0.0997	14586.02	0.2494	89482.09
100 ppm U, 1.0 ppb Np	0.9859	144228.95	1.0597	380137.27

使用一系列加标和未加标的铀溶液对 ICP-MS/MS 在 MS/MS 模式下的 AS 性能进行了测试。

制备浓度为 1、10 和 100 mg/L (ppm) 的铀基质溶液。对于每个浓度水平, 分别测量未加标以及 Np 加标浓度为 0.1 和 1.0 $\mu\text{g/L}$ (ppb) 的 U 基质溶液。为便于对比, 我们使用 Agilent 8800 ICP-MS/MS 和 Agilent 7900 ICP-QMS 分析样品, 以评价 MS/MS 配置的 AS 性能提高所产生的影响。

表 2 的结果表明, 利用 ICP-MS/MS 分析所有 U 基质样品中两种加标浓度的 Np 均获得了准确的回收率, 即使 U:Np 浓度比为 1000000:1 也是如此。相比之下, 利用传统四极杆 ICP-MS 测得的 Np 结果明显存在由 U 基质引起的偏差。 ^{238}U 的低质量数峰拖尾产生了高浓度 U 基质样品 (包括未加标 U 基质) 中 Np 的假阳性结果。U 产生的影响仅使表观 Np 浓度略有上升 (亚 $\mu\text{g/L}$ 级), 但是需要监测的低浓度 Np 会使这一假信号格外显著。结果表明 ICP-MS/MS 的优异的 AS 性能可消除 ICP-QMS 中存在的干扰效应。

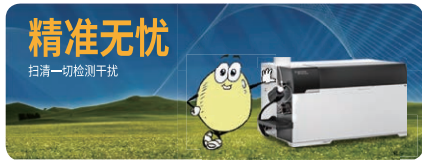
结论

本专题应用介绍 ICP-MS/MS 如何解决与复杂核应用相关的问题。ICP-MS/MS 独特地结合了高灵敏度、低背景、出色的 AS、可控而有效的反应池方法以及对 UO_2^+ 等高质量数产物离子的测量。

参考文献

1. Yasuyuki Shikamori、Kazumi Nakano、Naoki Sugiyama、Shinichiro Kakuta, 安捷伦应用简报 5991-0321CHCN (2012)
2. Naoki Sugiyama, 安捷伦应用简报 5991-6553CHCN (2016)
3. Garry Duckworth 和 Glenn Woods, 安捷伦应用简报 5991-6905EN (2016)

录制的网络研讨会： 是否确定 ICP-MS 干扰已得到有效控制？



光谱重叠始终是 ICP-MS 面临的一项严峻挑战。干扰物可能随样品基质而发生变化，使其难以得到鉴定和校正。这会影响到许多典型样品类型中的测量准确度，因此控制干扰物已成为 ICP-MS 制造商和用户的主要焦点。

2012 年推出的 Agilent 8800 串联四极杆 ICP-MS (ICP-MS/MS) 提供了一种应对 ICP-MS 中干扰的新方法。ICP-MS/MS 是一种支持 MS/MS 操作的串联质谱仪配置，能够在反应池模式下实现可控而一致的干扰去除。MS/MS 可改善检测限，扩展可测量分析物的范围，并确保复杂样品获得准确结果。

您是否错过了 7 月 12 日首播的网络研讨会？

现在，您可以立即观看并了解串联四极杆 ICP-MS 如何解决干扰问题，并提高复杂分析物和挑战性应用的准确度。在多个应用中通过示例分别展示这些功能。

您还将获悉新型 Agilent 8900 ICP-MS/MS 如何通过更高的灵敏度、更低的检测限和硬件开发实现更高的灵活性以应对新兴应用。

在 <http://www.spectroscopyonline.com> 上单击“Webcasts”选项卡并查找存档的网络研讨会：“是否确定 ICP-MS 干扰已得到有效控制？”

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，2016
2016 年 7 月 19 日，中国出版
5991-7106CHCN

安捷伦赞助欧洲冬季等离子体光谱化学会议的两个奖项



自 2003 年欧洲等离子体光谱化学奖颁发以来，安捷伦一直是该奖项的荣誉赞助商。安捷伦还首次赞助了一个新的奖项：“欧洲等离子体光谱化学新星奖”，专门授予等离子体光谱领域中年轻有为的科学家。

这两个奖项的提名截止日期均为 2016 年 8 月 31 日。

有关两个奖项以及如何提名或申请的详细信息，请访问 www.ewcps2017.at。这两个奖项将于 2017 年 2 月 19 日至 24 日在奥地利圣安东举办的欧洲冬季等离子体光谱化学会议上颁发。

大会、会议、研讨会

第 34 届中国质谱学会学术年会，9 月 9 日至 13 日，中国西宁

www.cmss.org.cn/?action=viewevent&nid=207

Ilmac 2016，9 月 20 日至 23 日，瑞士巴塞尔，www.ilmac.ch/en-US.aspx

SciX 2016，9 月 18 日至 23 日，美国明尼苏达州明尼阿波利斯，www.scixconference.org/

欧洲冬季等离子体光谱化学会议，2017 年 2 月 19 日至 24 日，奥地利圣安东，
www.ewcps2017.at

安捷伦 ICP-MS 出版物

如需查看并下载最新的 ICP-MS 文献资料，请访问 www.agilent.com/chem/icpms

产品样本： Agilent 8900 串联四极杆 ICP-MS，5991-6900CHCN

技术概述： Agilent 8900 串联四极杆 ICP-MS，5991-6942EN

全新 8900 ICP-MS/MS 应用简报：

- 使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 测定超低含量的磷、硫、硅和氯，5991-6852CHCN
- 使用 ICP-MS/MS 测定 UO_2^+ 子离子以减小铀氢氧化物离子干扰并实现痕量 ^{236}U 同位素分析，5991-6553CHCN
- 使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 在 MS/MS 模式下对 SiO_2 纳米颗粒进行高灵敏度分析，5991-6596CHCN
- 使用高灵敏度 Agilent 8900 ICP-MS/MS 分析 10 nm 金纳米颗粒，5991-6944EN
- 在 MS/MS 模式下运行的 Agilent 8900 ICP-MS/MS 对日常食品分析的优势，5991-6943EN
- 使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 在 MS/MS 模式下测定超纯半导体级硫酸中的痕量元素，5991-7008EN
- 最新：使用 Agilent 8800/8900 ICP-MS/MS 通过 capLC-ICP-MS 对多肽和磷酸肽进行同时定量分析，5991-1461CHCN

最新 8800 ICP-MS/MS 应用简报：

- 使用 Agilent 8800 ICP-MS/MS 的 FFF-MALS-ICP-MS/MS，5991-6786EN
- 使用 Agilent 8800 ICP-MS/MS 中 MS/MS 的超高丰度灵敏度对铀基质中的镅 237 进行准确分析，5991-6905EN

安捷伦 ICP-MS 期刊编辑

安捷伦科技公司 Karen Morton
电子邮箱：icpms@agilent.com



Agilent Technologies