

2022 年 2 月，第 87 期



第 1 页

ICP-MS 样品前处理和高基质样品分析

第 2-3 页

使用 ICP-MS 分析高基质样品的实用方法

第 4-5 页

ICP-MS 接口锥，优化分析性能的设计考虑因素

第 6 页

良好的样品前处理对 ICP-MS 痕量分析的重要性

第 7 页

冬季等离子体光谱化学会议的新闻和要点

第 8 页

关于为实验室选择理想元素分析仪器的网络研讨会和最新的 ICP-MS 出版物

ICP-MS 样品前处理和高基质样品分析

在本期安捷伦 ICP-MS 期刊中，我们报道了最新一届的冬季等离子体光谱化学会议。还回顾了最近的一些在线研讨会，其中讨论了使用 ICP-MS 进行痕量分析的样品前处理。安捷伦应用化学家与微波消解系统出色供应商的代表一起，提供有关如何控制污染和确保有效消解各种样品类型的技巧。

我们还将继续刊出有关探索 ICP-MS 基本原理的系列文章，这一次将重点讨论 ICP-MS 真空接口的关键作用。我们展示了精心设计的接口如何在不影响真空度的情况下提供高离子传输效率。为了说明现代 ICP-MS 的强大功能，我们总结了有关未稀释海水分析的最新应用简报。



图 1. Agilent 7900 单四极杆 ICP-MS 系统内部结构一览

使用 ICP-MS 分析高基质样品的实用方法

Tetsuo Kubota 和 Ed McCurdy, 安捷伦科技有限公司

使用 ICP-MS 分析高基质样品

早期 ICP-MS 仪器的一个明显不足在于它们对高浓度总溶解态固体 (TDS) 的耐受性差。在这些早期仪器中，通常会优化样品引入和等离子体操作条件，以提供尽可能高的灵敏度，从而导致基质耐受性降低（图 1）。

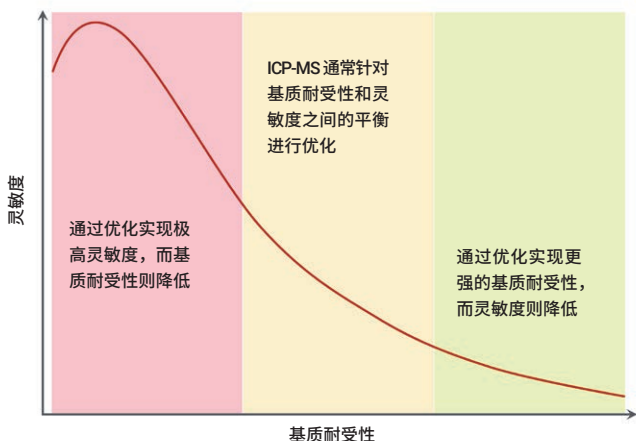


图 1. ICP-MS 硬件设计和操作条件必须在灵敏度和基质耐受性之间取得平衡

早期 ICP-MS 系统的基质耐受性相对较差，导致常规分析的推荐最大基质水平为 <0.2% 或 2000 ppm TDS。这一限制意味着在分析前通常必须对样品进行稀释，无论是手动稀释还是使用在线自动稀释工具。但离线样品稀释非常耗时且容易出错，还可能引入污染，而在线自动稀释设备则价格昂贵且相对复杂，增加了泄漏和堵塞的风险。

0.2% TDS 这一历史限值仍适用于许多现代 ICP-MS 仪器，这些仪器的等离子体条件仍然经过优化以尽可能提高灵敏度，但会降低基质耐受性。

而现在，在众多行业中，ICP-MS 被认为是多元素分析的理想技术。因此，该技术常用于分析高基质样品。ICP-MS 还广泛应用于高通量商业实验室，在这些实验室中，实现高效和快速周转的压力意味着他们希望尽量避免在分析前进行样品处理。

为了满足这些不断变化的需求，安捷伦研发工程师着重于提高 ICP-MS 的基质耐受性，以实现大批量高基质样品的常规分析。实现的改进包括样品引入和气溶胶处理方面的创新、更高效的等离子体能量转移，以及提高了接口、离子透镜和质谱仪的离子传输效率。因此，安捷伦 ICP-MS 用户可以使用提供出色基质耐受性的等离子体条件，同时仍能获得与其他稳定性较差的 ICP-MS 系统相当或更高的灵敏度。

等离子体稳定性和基质耐受性

ICP-MS 常规分析高基质样品的能力主要取决于等离子体的稳定性。等离子体必须能够分解样品基质并解离干扰分子离子，同时保留足够的能量电离分析物。ICP-MS 中的等离子体稳定性是通过使用 CeO^+ 和 Ce^+ (CeO/Ce) 的信号之比来监测的。 CeO/Ce 比表示等离子体分解强结合的 CeO 分子的效率。

稳定且耐受基质的安捷伦 ICP-MS 等离子体通常在大约 1%–1.5% CeO/Ce 或更低比值下运行。在不太稳定的条件（较高的 CeO/Ce 比）下运行会导致基质分解不完全、基质在 ICP-MS 接口锥上积聚和信号漂移。

电离抑制

分解高浓度样品基质需要大量的等离子体能量, 使得用于电离分析物的能量较少。这种效应对难电离分析物 (例如 As、Se、Cd 和 Hg) 的影响尤为显著, 它们需要更多的能量才能电离。易电离基质元素 (例如 Na 和 K) 对分析物电离的影响更大, 因为这些基质元素在电离时会产生大量的自由电子。自由电子优先与难电离分析物离子重新结合, 使电离度和灵敏度降低。

这种效应被称为电离抑制, 在存在高盐基质的情况下, 会导致难电离分析物发生严重的信号丢失。稳定的等离子体总能量更高, 因此即使在分解盐浓度较高的样品基质后, 仍会有更多能量用于电离难电离的分析物。

高基质样品常规分析

分析含有高浓度易电离基质元素的样品中的难电离痕量元素被视为 ICP-MS 分析的“最坏情况”。而海水中有毒痕量元素 As、Cd 和 Hg 的分析正是如此, 沿海渔业等领域的常规监测往往要求进行这样的分析。

使用配备安捷伦超高基质进样 (UHMI) 气溶胶稀释系统的 Agilent 7850 ICP-MS 分析未经稀释的海水样品。UHMI 可以将 ICP-MS 的基质耐受性扩展至百分水平的 TDS, 是一种公认的稳定且简单的方法(1)。

分析的海水样品包括合成海水、天然海水和海水 CRM (海水中含痕量元素 NMIA MX014)。在研究中, 为每个海水样品制备了加标样品。更多详细信息可参见参考文献 (2)。

未稀释海水的加标回收率和稳定性

为了证明 7850 ICP-MS 用于常规分析未稀释海水的稳定性, 对 120 个海水样品以及 30 个标准品和 QC 样品进行了 7 小时的重复分析。两种海水样品的加标回收率和海水 CRM 中认证元素的回收率如图 2 所示。

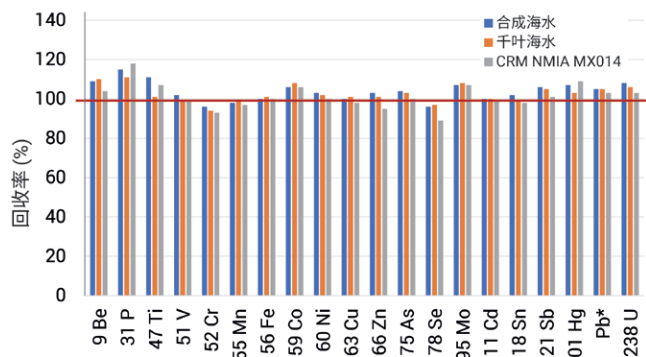


图 2. 未稀释海水样品中分析物 (包括难电离元素) 的准确加标回收率。
* Pb 含量以三种丰度最高的同位素 206、207 和 208 之和进行计算

回收率大多在加标浓度或认证浓度的 $\pm 10\%$ 以内, 证实了 7850 ICP-MS 方法的基质耐受性和准确度。

图 3 表明内标 (ISTD) 信号在整个 7 小时运行过程中保持稳定。高低交替的 ISTD 信号显示了高盐基质对物理层面的样品传输和雾化过程的影响。ISTD 校正确保了整个分析过程中定量分析的准确性。

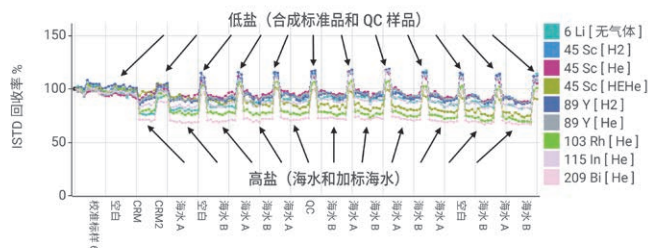


图 3. 未稀释海水分析的内标信号

结论

研究证明, 配备 UHMI 和可选安捷伦 ISIS 3 DS 系统的 Agilent 7850 ICP-MS 适用于对未稀释海水样品中的多种元素进行长期分析。

参考文献

1. 超高基质进样技术 (UHMI), 安捷伦 ICP-MS 技术简报, [5994-1170ZHCN](#)
2. Analysis of Undiluted Seawater using ICP-MS with UHMI and Discrete Sampling (使用具有 UHMI 和不连续进样功能的 ICP-MS 分析未稀释海水), [5994-4467EN](#)

ICP-MS 接口, 优化分析性能的设计考虑因素

Ed McCurdy 和 Abe Gutierrez, 安捷伦科技有限公司

ICP-MS 真空接口

质谱仪 (MS) 和离子检测器在高真空 (低压) 条件下的运行效果更为理想。在低压下运行 MS 可减少离子散射、提高传输效率、改善峰形并降低背景噪音。许多质谱仪器为密闭系统, 离子源位于真空室内, 因此要维持理想 MS 运行所需的低压相对较容易。但 ICP-MS 的等离子体离子源在大气压下运行, 对实验室环境开放, 离子必须穿过接口进入高真空区。因此, ICP-MS 真空接口必须执行两种相互冲突的任务:

1. 将离子从等离子体 (大气压) 传输到 MS (高真空区)
2. 在真空区域保持尽可能低的压力, 以获得理想 MS 性能

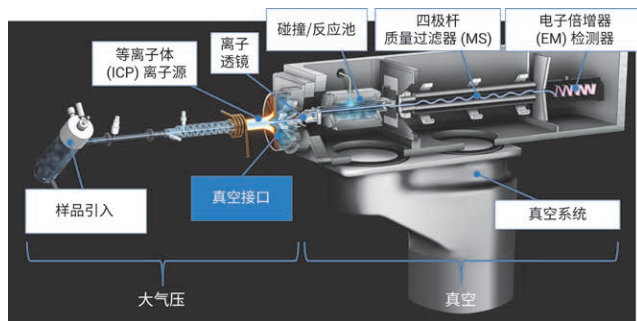


图 1. ICP-MS 真空接口将离子从等离子体传输到高真空区

ICP-MS 接口由一系列包含小孔或开孔的锥形板或“锥体”组成。接口锥采用水冷处理, 避免因高温等离子体造成的损坏, 并且通常由实心镍 (或带铜基座的镍, 以提高导电性和导热性) 制成。

安捷伦 ICP-MS 系统的接口组件标准配置 (半导体配置除外) 包括一个带铜基座的镍采样锥和一个实心镍截取锥, 如图 2 所示。

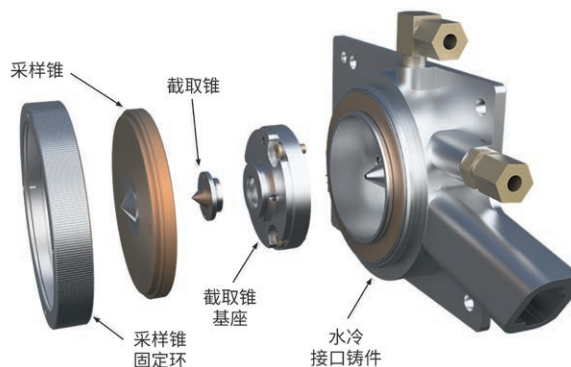


图 2. 安捷伦 ICP-MS 的接口组件

对于需要强耐腐蚀性的应用, 可以使用铂尖镀镍采样锥。

ICP-MS 真空接口的设计考虑因素

在没有锥孔的情况下可以实现理想的 (最低) 真空压力, 但这显然不切实际, 因为无法提供离子传输。精心设计的接口必须与 ICP-MS 系统的其余部件配合使用, 实现基质耐受性、灵敏度、背景和 MS 性能的优秀结合。

优化的接口设计还应该:

- 控制进入真空室的样品基质量, 有助于减少高真空区的维护
- 通过限制等离子体气体离子 (Ar^+ 、 ArH^+ 、 O^+ 、 O_2^+ 和 NO^+ 等) 的传输减少空间电荷效应, 同时保持分析物离子的传输。低空间电荷可减少质量歧视, 为较轻离子提供更高的灵敏度和更低的检测限

接口设计和基质耐受性

有一种常见的误解，认为较大的接口锥孔可以防止基质沉积，从而减少信号漂移。事实上，接口锥上的基质沉积主要由等离子体的稳定性控制(1)。等离子体稳定性较差 (CeO/Ce 比 > 2%) 的 ICP-MS 系统可能需要更大的接口锥孔来延缓导致信号漂移的接口锥堵塞。但锥孔越大，会让更多未解离的基质穿过接口，进入高真空区，如图 3 所示。

安捷伦截取锥
孔径 0.45 mm

面积 0.159 mm²



1

典型截取锥
孔径 0.9 mm

面积 0.636 mm²



4

进入高真空区的相对基质载量

图 3. 具有 2 倍孔径的截取锥会让 4 倍以上的样品基质进入高真空区

控制接口锥上基质沉积的更好方法是使用更稳定的等离子体条件 (低 CeO/Ce 比)。更稳定的等离子体能够更有效地分解样品基质，因此沉积在接口锥上的未解离物质更少。安捷伦 ICP-MS 系统通常在比其他 ICP-MS 更稳定的等离子体条件下运行。一般而言，常规样品类型的 CeO/Ce 比约为 1.0%，高基质样品的 CeO/Ce 比则低至 0.3%。这一 CeO/Ce 比约为某些非安捷伦 ICP-MS 系统通常可实现水平的 1/10，表明样品基质的分解效率提高了 10 倍。

与设计欠佳的系统相比，安捷伦 ICP-MS 的基质分解效率提高了 10 倍，穿过截取锥的基质减少了 4 倍，意味着进入真空系统的基质减少了 40 倍。

另一种有助于防止基质沉积引起漂移的方法是控制截取锥尖的运行温度。安捷伦 ICP-MS 系统使用精心挑选的材料和优化的截取锥基座设计，确保截取锥尖在精确控制的高温下运行 (图 4)。



图 4. 左图：与镍截取锥配套使用的不锈钢截取锥基座。右图：与铂尖截取锥配套使用的黄铜截取锥基座

严格控制截取锥尖的温度可防止通过接口的任何残留基质材料和分子种类凝集。这种对运行温度的控制可减少在截取锥运行温度较低的系统上观察到的基质沉积。

结论

ICP-MS 真空接口必须将离子从等离子体传输到质谱仪，同时在真空区域保持尽可能低的压力。接口与样品引入和离子透镜之间的其他组件共同作用，为实现质量过滤器和检测器的理想性能提供所需的条件。

如之前的文章 (2) 所述，ICP-MS 的各个部件应协同工作，提供高基质耐受性和高灵敏度的理想组合。安捷伦 ICP-MS 系统将独特的接口设计与稳定的等离子体和高效、高传输效率的离轴离子透镜组相结合，可实现出色的整体系统性能特征。

参考文献

1. 安捷伦 ICP-MS 期刊第 81 期，5994-2203ZH-CN
2. 安捷伦 ICP-MS 期刊第 85 期，5994-3758ZH-CN

良好的样品前处理方法对 ICP-MS 痕量分析的重要性

Bert Woods 和 Jenny Nelson, 安捷伦科技有限公司

利用 ICP-MS 实现低检测限

样品前处理是 ICP-MS 元素分析获得高质量数据和低检测限的关键环节。在最近一次标题为[痕量元素检测限：每个光谱学家都应该知道的事](#)的虚拟研讨会上，详细探讨了样品前处理的重要性。

在下午的会议上，Milestone Inc. 的产品专家 Eric Farrell 阐述了微波消解在实现出色的痕量金属检测限方面的作用。

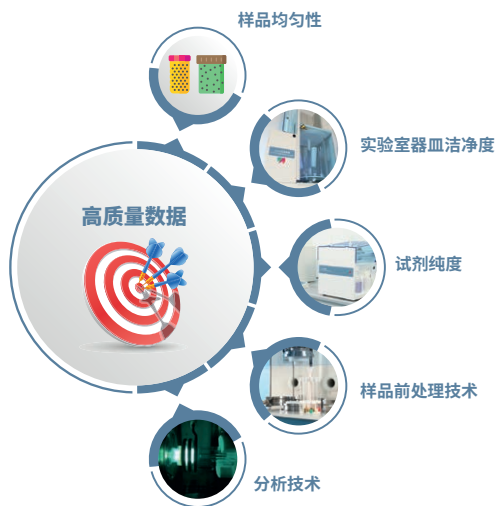


图 1. 影响分析数据质量的因素。© Milestone Inc., 2021. 经授权转载

对于需要消解而不仅仅是稀释的样品，微波酸消解相比其他技术，例如干法灰化、热板消解或 Parr 消解弹越来越多地被优先使用。

密闭容器微波消解可提供比开放容器消解更高的温度和压力 (T/P)，确保消解完全，并且需要的酸通常更少。微波

消解程序比其他方法更快、更一致，而使用密闭容器可防止挥发性元素（例如 Hg）的损失。微波系统（转子式或单反应室 (SRC)）的选择取决于样品类型和应用要求。本次网络研讨会详细介绍了影响检测限的一些关键因素，包括：

- 样品前处理技术，包括样品容器、样品瓶和酸的选择
- 试剂的质量/等级和样品前处理/消解设备的清洁度
- 用于消解的适当样品量的选择
- 稀释倍数

食品样品的微波酸消解

在最近一次关于食品分析的[网络研讨会](#)上，CEM 的高级应用化学家 Elaine Hasty 介绍了如何使用微波酸消解制备不同的食品样品，为 ICP-MS 多元素分析做好准备。



共制备了 40 个样品，包括 10 种不同食品类型的平行样品，分别采用高浓度和低浓度加标的 2 个食品样品，以及 3 个 NIST SRM。该批次还包括采用和未采用高浓度和低浓度加标的方法空白。使用 MARS 6 微波消解系统一次性消解所有样品和空白。

Elaine 的演讲提供了关于更好地制备均质样品的建议，并解释了为什么在样品称重和转移到消解容器时需要特别小心。安捷伦应用简报 [5994-2839EN](#) 中提供了微波消解方法的详细信息。

2022 年冬季等离子体光谱化学会议的新闻和要点

Chuck Schneider, 安捷伦科技有限公司

美国亚利桑那州图森市，2022 年 1 月 16 日至 21 日

在因新型冠状病毒肺炎 (COVID-19) 取消了 2020 年和 2021 年的许多活动之后，冬季等离子体光谱化学会议在图森的回归非常令人雀跃。为了给开幕式增添一些色彩，并向会议组织者 Ramon Barnes 博士致敬，安捷伦团队身着鲜艳的夏威夷衬衫亮相现场。持续的出行限制意味着与会人数总体上减少，但在这一周参加安捷伦活动的每一个人都收获颇多。重要内容包括旨在提高方法开发、方法优化和数据报告等技能的软件“实际操作”研讨会。

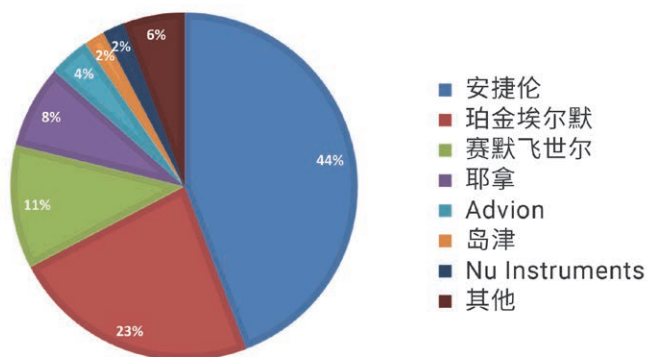
安捷伦 ICP-OES 产品专家 Steve Wall 和 Chris Conklin 组织了关于“‘智能’ ICP-OES 功能助力未来实验室发展”的午餐研讨会。安捷伦 ICP-MS 专家 Abe Gutiérrez、Jenny Nelson 和 Mark Kelinske 组织了关于“单四极杆和三重四极杆 ICP-MS (ICP-MS/MS) 最新进展”的午餐研讨会。特别感谢亚利桑那州立大学的 Melanie Barboni 博士，他在 ICP-MS/MS 用户组会议上发表了主题演讲。安捷伦 ICP-MS 产品经理 Naoki Sugiyama 提供了关于 ICP-MS/MS 的最新信息，并留出了充足的时间进行非正式讨论。周三晚上，参加安捷伦客户答谢活动的来宾以舞蹈、观星和美食庆祝 ICP-MS/MS 技术问世 10 周年。

第 22 届两年一度系列会议主题

受欢迎的会议主题包括单纳米颗粒和单细胞分析、生物医学研究、激光剥蚀、形态分析、同位素比和同位素稀释。还举办了一场大麻分析研讨会。ICP-MS/MS 仍然是等离子体类仪器领域的热门话题。ICP-MS/MS 研究展报的数量首次超过了单四极杆 ICP-MS。

研究展报概况

回顾会议期间的研究展报，其中临床研究、药物、激光剥蚀、核能、食品、环境、单细胞和纳米颗粒是广受关注的主要主题。研究展报的数量证实安捷伦 ICP-MS 仪器的应用极为广泛，在 44% 的研究展报中都有提及。



携手合作



安捷伦原子光谱团队提供了 25 张/场研究展报或口头演讲，主持了大型会议和研讨会，并主办了六场不同的客户活动。

下一届会议预告：欧洲冬季等离子体光谱化学会议将于 2023 年 1 月 29 日至 2 月 3 日在斯洛文尼亚卢布尔雅那举行。

哪种元素分析仪器是您实验室的理想之选？

从安捷伦原子光谱团队获取内部知识



根据实验室需求选择理想的原子光谱技术可能会令人感到困惑。仪器功能重叠，而实验室和法规要求也在不断变化。在一系列的在线论坛中，经验丰富的安捷伦原子光谱团队成员讨论了几种常见的应用和实验室场景。他们说明了在每种情况下各原子光谱技术的优缺点。论坛将帮助您：

- 了解原子光谱技术之间的关键差异
- 了解如何规划与实验室日常工作相关的评估，帮助识别仪器之间的关键差异

主持人： Ross Ashdown；**主讲人：** Ed McCurdy, ICP-MS 产品营销专员；Elizabeth Kulikov 博士, ICP-OES 产品经理；Milos Ridesic, ICP-OES、MP-AES 和 AAS 应用化学家。

Select Science 举办的两个录制版论坛的链接：<https://view6.workcast.net/AuditoriumAuthenticator.aspx?cpak=6140127235089763&pak=5932768662768021>

最新的安捷伦 ICP-MS 出版物

- **应用简报：** 使用离子色谱 (IC)-ICP-MS 测定饮用水中的六价铬，[5994-4295EN](#)
- **应用简报：** 使用 ICP-MS 测定可萃取和可浸出元素，[5994-4340EN](#)
- **应用简报：** 使用具有超高基质进样 (UHMI) 和不连续进样 (DS) 功能的 ICP-MS 分析未稀释海水，[5994-4467EN](#)
- **应用简报 (已更新)：** 使用 ICP-MS 对牛奶和奶粉进行高通量多元素分析，[5991-6185CHCN](#)

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

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, 2022
2022 年 1 月 27 日, 中国出版
5994-4529ZHCHN
DE43294262

