

创新的自由曲面光学设计提升 ICP-OES 分析速度与性能

Agilent 5800 ICP-OES 和 Agilent 5900 ICP-OES



前言

Agilent 5800 和 5900 ICP-OES 的创新光学设计为仪器的分析性能、尺寸、预热和吹扫时间带来了变革。这些改进得益于全谱直读型 ICP-OES 仪器的多色仪中自由曲面光学元件的定制设计和位置。美国专利的自由曲面光学设计直接改善了 5800 和 5900 ICP-OES 的检出限和分辨率，即使使用纯度 99.99% 的瓶装氦气作为吹扫气体也是如此。紧凑的光路布局使仪器能够实现快速吹扫，从而减少样品测量前的等待时间。

自由曲面光学元件的优势是什么？

减小仪器体积

自由曲面光学表面是实现光学系统尺寸突破以往限制、同时提升性能的核心要素。与之前的设计相比，多色仪光学系统的体积减小了 50%，使得 5800 和 5900 ICP-OES 的体积显著缩小。5800 和 5900 ICP-OES 是两款设计极为紧凑的 ICP-OES，能够节省宝贵的实验室台面空间。

更强大的分析性能

5800 和 5900 ICP-OES 的自由曲面光学系统、同步双向观测前置光路 (5900) 和 Vista Chip III 检测器既能够实现真正的同步检测，又能够实现 167–785 nm 的全波长覆盖。这一独特的设计是 5800 和 5900 ICP-OES 具有出色多元素分析速度和性能的关键。全新硬件配置使检出限平均提升 40%，同时提高了光学分辨率。另外，由于光学元件内部体积和热容的减小，仪器预热时间和吹扫时间也显著减少。

多色仪设计

多色仪在同时测量所有波长方面具有明显的优势。因此，多色仪与单色仪存在明显区别，单色仪通常在每次测量时只能测量一个目标分析物波长，需要多次连续测量才能捕获所有目标分析物波长，而多色仪可一次性完成多波长检测。大多数现有的全谱直读型 ICP-OES 仪器使用中阶梯光栅多色仪对来自等离子体的分析物发射谱线进行分离并在检测器上聚焦，以便进行元素分析。等离子体中生成的光学发射谱线通过前置光路进入入射狭缝（或者有时依次通过多条入射狭缝）。入射狭缝决定了进入多色仪的来自等离子体的发射谱线的物理尺寸。发射谱线经反射镜反射，经棱镜和衍射光栅分光，最终到达检测器表面。该过程产生二维 (2D) 发射图像，其中检测器上的像素定位对应于分析物溶液中存在的元素所特有的特定发射波长。

自由曲面光学元件

5800 和 5900 ICP-OES 中使用の中阶梯光栅多色仪独具特色，能够产生整个光谱的单一中阶梯光栅图像。使用自由曲面准直镜、光栅、棱镜和聚焦镜将图像聚焦到单检测器上，可确保清晰聚焦和高光强度。

无需多个检测器或多个入射狭缝光学元件，即可实现高分辨率和全波长同步检测，从而确保出色的分析速度。使用多个检测器或多个入射狭缝光学元件的仪器通常需要进行单独的连续测量才能覆盖整个光谱，从而增加分析时间并降低样品通量。



自由曲面准直镜有助于提供更锐利的聚焦效果，并在检测器上获得更高的光强。

来自前置光路的会聚光引导至入射狭缝，并进入多色仪中（一个狭缝用于整个光谱）。

图 1. Agilent 5800 和 5900 ICP-OES 中使用的配备自由曲面准直镜的中阶梯光栅多色仪的计算机辅助设计示意图。该系统无活动部件且采用温控设计，能提供出色的长期稳定性

改善分辨率和峰形

ICP-OES 的光学分辨率可通过光学系统的物理属性来表征，并被定义为半峰全宽 (FWHM)。安捷伦中阶梯光栅光学设计的特征在于采用高衍射级次，与自由曲面准直镜相结合。这些组件的组合提高了 5800 和 5900 ICP-OES 的分辨率和灵敏度。

安捷伦多色仪设计中使用自由曲面准直镜，与使用抛物面和/或环面光学元件的设计相比，可提供更出色的分辨率。自由曲面准直镜通过减少光线在两个方向上的扩散（在宽度和高度上更集中）来改善光线聚焦。减少的扩散对于聚焦在远离检测器中心的波长尤其有用。表 1 显示了 5800 和 5900 ICP-OES 对代表性发射谱线的典型分辨率性能。

表 1. Agilent 5800 和 5900 ICP-OES 的典型分辨率数据 (基于 FWHM)

元素与波长 (nm)	5800 和 5900 ICP-OES 的典型分辨率 (pm)
As 188.980	< 6.5
Mo 202.032	< 7
Zn 213.857	< 7.5
Pb 220.353	< 7.5
Cr 267.716	< 9.5
Cu 327.395	< 13
Ba 614.171	< 32

用自由曲面光学元件代替标准形状的反射镜，可实现更集中的光线，从而改善峰形。图 2 中显示的铊 (Tl) 190.794 和 Tl 190.807 nm 的双峰证明 5800 和 5900 ICP-OES 具有出色的光学分辨率。两个峰形对称，且轻松分离。

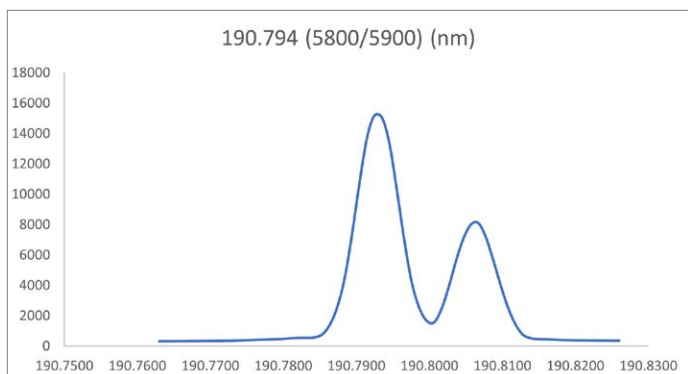


图 2. 使用 Agilent 5800 或 5900 ICP-OES，可清晰分辨出 Tl 190.794 和 190.807 nm 双峰

什么是自由曲面光学元件？

传统的 ICP-OES 光学系统设计采用简单的球面、环面或抛物面镜面形状来收集和聚焦等离子体发出的光。由于这些表面对于功能形式至关重要，因此它们的设计和制造都很简单。但是这些表面在收集和传输发射的等离子体光并将其同时转换为波长范围内的单独的分析元素波长发射方面存在一些局限性。

在这些传统系统中，通常仅一个波长的光穿过光学系统，以正确聚焦到 2D 检测器阵列上。所有其他波长的光路都会略微受损，导致不同程度的散焦（称为光学像差）。像差会导致信噪比降低（检出限变差）和峰展宽（分辨率不佳）。ICP-OES 中的光学设计通常使用多个元件，以大幅减少性能下降。然而，由简单的对称元件构成的光学系统灵活性不佳，无法同步校正整个光谱范围内的多种像差。

安捷伦自由曲面准直镜的创新、高度定制化的非对称和非球面表面，可在整个波长范围内（涵盖可见光与紫外光波段）同步校正各类光学像差。高自由度自由曲面能有效校正球面像差、彗差和像散，这类像差通常出现在偏离检测器中心的波长上。安捷伦工程师率先设计了自由曲面准直镜面，并通过复制技术实现了精密制造（图 3），用于 5800 和 5900 多色仪内部。

自由曲面光学元件如何减小焦距，同时改善分辨率和检出限？

传统的 ICP-OES 系统需要 400 mm 或更长的焦距，才能有效地分离波长并获得足够高的分辨率。5800 和 5900 ICP-OES 光学元件中独特的自由曲面准直镜，使得光学焦距减小至仅 253 mm 成为可能，同时提高了整个检测器的分辨率和灵敏度。自由曲面镜的表面并非对称的抛物面。它采用新颖的形状，旨在改善光线在检测器上的聚焦，如图 3 所示。自由曲面的灵活性使得任何光学畸变都能够通过镜面光学表面轮廓大大减少。表面轮廓经过定制，以匹配任何偏离其正确光轴的波长所需的理想镜面形状。

与标准球面镜相比，自由曲面镜可提供更锐利的聚焦效果，并在检测器上获得更高的光强。更高的光强度使得检测器像素的信噪比更高，与传统的光学系统相比，检出限平均提升了 40%。

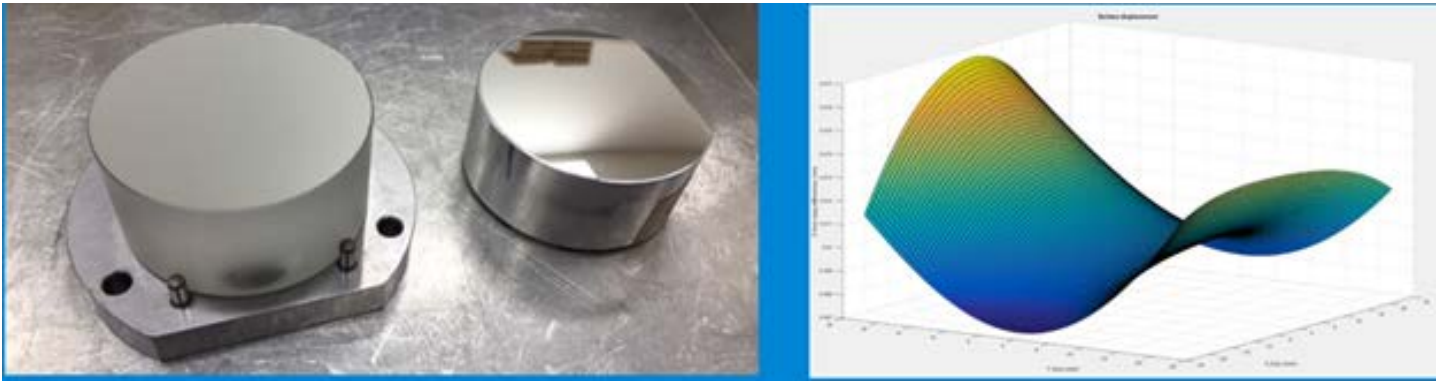


图 3. 左图：用于复制工艺的反射镜。右图：自由曲面与理想球面之间的偏差。自由曲面具有经优化的独特形状，能够提供更锐利的聚焦效果，并在检测器上获得更高的光强，从而实现更高的检测灵敏度。自由曲面“鞍形”表面形状偏差在微米量级

Vista Chip III 检测器

Vista Chip III 检测器（图 4）旨在与 Agilent ICP Expert 中全新的自由曲面多色仪硬件和高级 IntelliQuant 软件配合使用 (1-3)。该检测器为电荷耦合器件 (CCD)。为了连续覆盖 167-785 nm 的波长范围，CCD 由大约 70000 个光敏像素组成，这些像素分布在 70 个对角线性阵列 (DLAs) 上。检测器上像素布局经过精心设计，以匹配 5800 和 5900 多色仪产生的独特的中阶梯光栅图案。它采用图像映射技术 (I-MAP) 以精确匹配中阶梯光栅图像，使其能够适应小巧、外形完美的 2D 检测器。



图 4. Vista Chip III 检测器采用 I-MAP 和自适应积分技术，速度更快，并实现对 167-785 nm 的全波长覆盖

检测器中每个 DLA 的位置和长度均特别设计，以匹配中阶梯光栅光学元件产生的每个衍射级的自由光谱区（图 5）。检测器经帕尔贴 (Peltier) 冷却至 -40°C ，以尽可能减小暗电流和读出噪声。

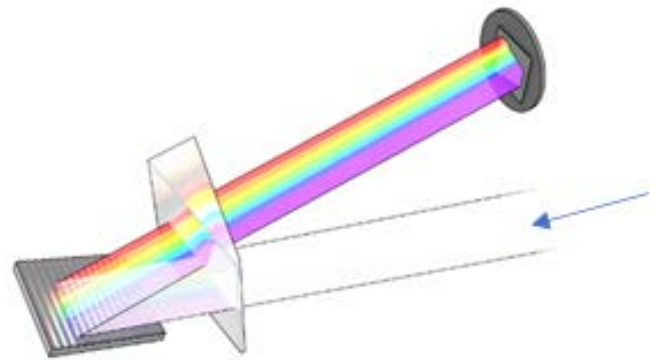


图 5. 示意图展示了来自准直镜的光线如何穿过棱镜照射到光栅上，然后再穿过棱镜照射到聚焦镜（未显示）。然后，聚焦镜将分散的光线集中到检测器表面上。光栅将包含所有波长的光分成不同波长的光谱，并将它们分散成重叠的 DLA 级。然后，棱镜将波长范围分离到第二维，以使整个波长范围能够容纳在小尺寸、方形 2D 检测器上

快速的信号读出

Vista Chip III CCD 具有 1 MHz 的像素处理速度和像素定位效率，为 ICP-OES 检测器速度树立了标杆。双工电路使像素可以从检测器的两侧读出，确保其读出速度明显快于竞争系统。5800 和 5900 ICP-OES 可在半秒之内测量 167-785 nm 的整个光谱。图 6a 显示了 Vista Chip III CCD 上的 5 个 DLAs 的特写。图 6b 显示了用于控制光敏像素的微电子电路。

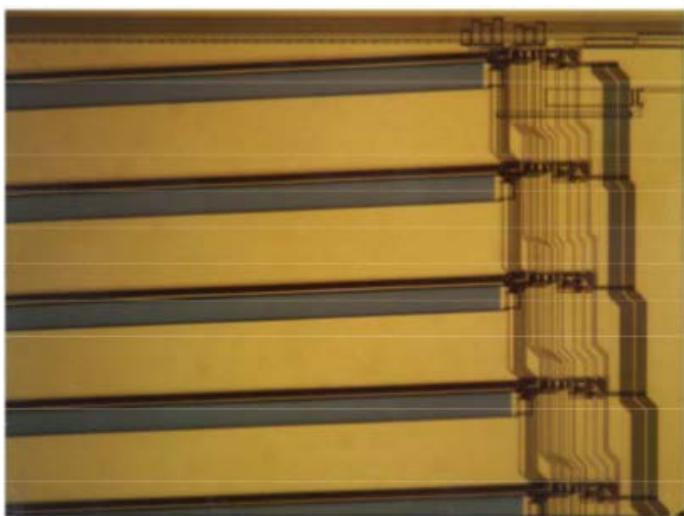


图 6a. Vista Chip CCD 一侧的各个 DLAs 和相关的读出电路

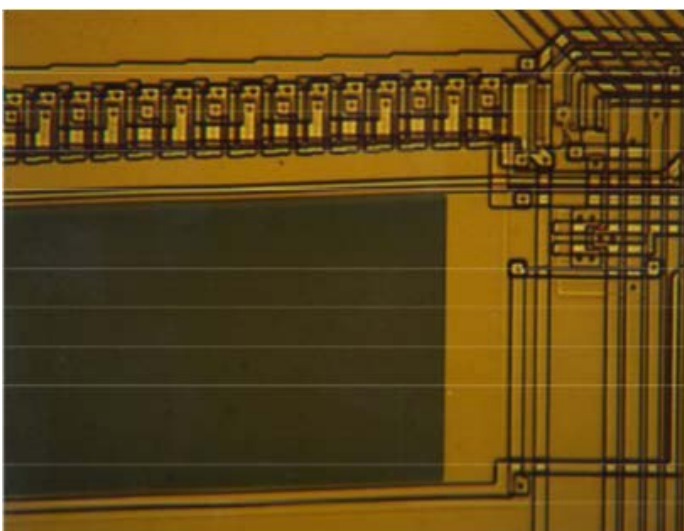


图 6b. 放大后的单个 DLA。黑暗区域是光敏区。由图可见，防溢出引流槽位于光敏区底部，每一个像素的读出控制电路位于光敏区顶部

自适应积分技术

自适应积分技术 (AIT) 智能算法可根据入射信号强度自动调整每个发射谱线的积分时间，以此避免信号溢出 (图 7)。部分竞品系统将需要相似积分时间的波长组合在一起。然后依次 (按顺序) 测量每组波长，这导致分析时间较长。AIT 为每个波长自动设置优化的积分时间，无论分析物的浓度或所选发射谱线的灵敏度如何，只需一次真正的全谱直读测量即可测定所有元素的浓度。AIT 提高了信号处理效率，从而优化了 5800 和 5900 ICP-OES 的样品分析时间。

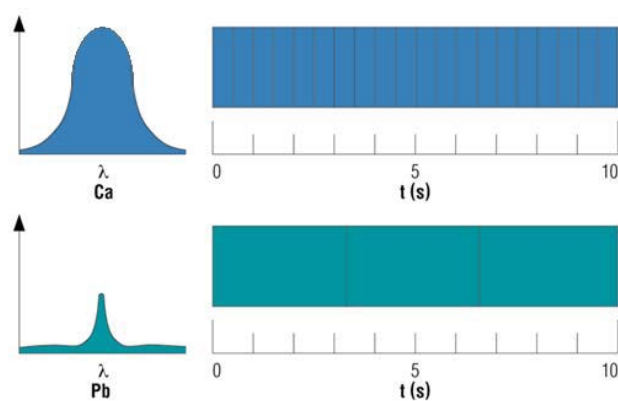


图 7. 采用 10 s 的重复读取时间，AIT 将对高强度信号的许多较短曝光时间读数进行平均，对低强度信号的少量较长曝光时间读数进行平均，从而同时提供最佳信噪比

每个像素都具有防溢出设计

发射谱线被收集到 CCD 检测器表面的光敏像素 (A) 上，在那里它们被转换为电子信号，传输至寄存器 B 并暂存其中，然后从寄存器 C 读出 (图 8)。“溢出”是固态检测器的不良特性。当检测器中某部分的强烈光照会干扰相邻像素的测量时，就会发生这种情况。与分段式 CCD 检测器不同，Vista Chip III CCD 的每个像素都具有防溢出保护。如果有非常强的信号使像素饱和，多余的信号就会流向防溢出引流槽，而非邻近的像素。防溢出保护确保了即使存在高浓度的其他元素，也能准确测量痕量元素。

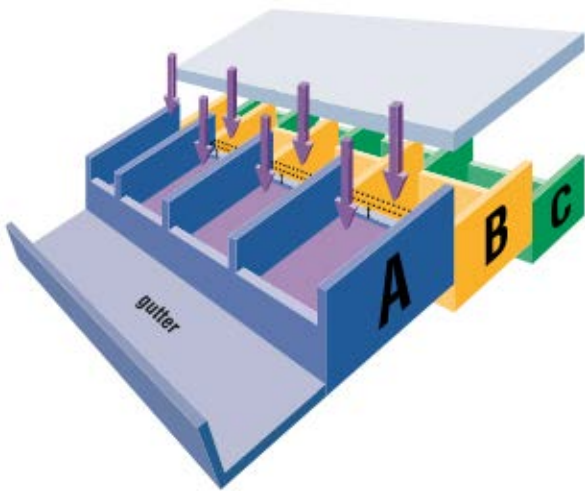


图 8. Vista Chip III CCD 上单个 DLA 的示意图，展示了像素之间潜在的屏障和防溢引出流槽

结论

Agilent 5800 和 5900 ICP-OES 在多色仪中使用创新设计的自由曲面光学元件和专门设计的 Vista Chip III 检测器，提供了更低的检出限和更好的光学分辨率。安捷伦自由曲面准直镜的非对称、非球面表面具有以下优点：

- 在整个波长范围内（涵盖可见光与紫外光波段）同步校正各类光学像差
- 校正球面像差、彗差和像散，这类像差通常出现在偏离检测器中心的波长上
- 检测器的清晰聚焦和高光强带来了出色的信噪比，与传统光学系统相比，检出限平均提升了 40%

先进的多色仪设计使光学元件体积减少了 50%，这意味着所需的吹扫时间更少，且两款仪器的体积均显著减少。同步双向观测前置光路 (5900) 和 Vista Chip III CCD 检测器能够实现真正的同步测量，并在半秒之内提供对 167–785 nm 的全波长覆盖。

5800 和 5900 ICP-OES 的整体硬件设计是其出色的多元素分析速度和性能的关键，包括使用 IntelliQuant 软件对样品进行快速、深入的全面筛选分析。

参考文献

1. Agilent ICP Expert 软件：用于 ICP-OES 的强大软件和智能工具，安捷伦出版物，[5994-1517ZHCN](#)
2. Agilent IntelliQuant 软件：更深入地了解样品并简化方法开发，安捷伦出版物，[5994-1516ZHCN](#)
3. Agilent IntelliQuant Screening：更智能、更快速的半定量 ICP-OES 分析，安捷伦出版物，[5994-1518ZHCN](#)

www.agilent.com/chem/icp-oes

DE10219811

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，2023
2023 年 4 月 10 日，中国出版
5994-5891ZHCN

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

