

使用 FACT 光谱谱图解析软件对复杂样品进行实时光谱校正

Agilent 5800 和 5900 ICP-OES



前言

理想情况下，ICP-OES 仪器应该具有无限的光谱分辨率，无论什么样的样品，各个元素的最灵敏发射谱线都不受光谱干扰。对于复杂的样品基质来说，这样的情况常常不大可能，但是，安捷伦快速自动曲线拟合技术 (FACT) 却将这理想变成了现实。它采用了一种高度复杂却又易于使用的光谱建模技术，对 ICP-OES 分析棘手样品时经常遇到的复杂分析光谱进行准确建模。

FACT 的优势在于它能够准确校正分析物波长附近的强重叠峰。在采集分析数据之前或之后都可以创建 FACT 模型，过程非常简单，您可信心十足地应对任何挑战性样

品。有了 FACT，无需对样品做更多的处理，无需重新分析样品，也无需因在含有大量错误数据的分析结果中寻找正确数据而感到心烦意乱，可大大节省您的宝贵时间。

与元素间干扰校正 (IEC) 相比，FACT 的使用更简单，功能也更强大。它还可准确校正背景，尤其适用于处理极为复杂的背景结构（传统的背景校正技术对此往往束手无策）。

FACT 的工作原理

FACT 通过使用高级光谱建模技术提供实时光谱校正，以数学方式从原始光谱中解析（即分离）分析物信号，并通过分别测定预期组分以及各自的响应来建模。通常需测定如下溶液：

1. 空白溶液
2. 纯分析物溶液
3. 纯干扰物溶液

对每个光谱组分模型进行分析并拟合为高斯曲线，以获得该谱峰的数学描述。检验剩余结构的残差，如果残差足够大，将其拟合至其他高斯分布中。模型可表示为高斯峰与相对小的残差之和。通过在波长范围内监测 6 根等离子体发射谱线，可计算出在模型创建与分析应用之间可能出现的小的波长偏移或漂移。这样可以长期保持模型的波长准确性。

与 IEC 不同，采用 FACT 无需知道各溶液中分析物和干扰物的浓度。溶液浓度只要足够高，就能轻松将其从背景中区分开（通常是检测限的 50 倍）。

图 1 的例子示出了针对主要的镉 214.439 nm 发射谱线构建的模型，该谱线受不太灵敏的 214.445 nm 铁发射谱线的部分干扰。在分析土壤样品时经常会出现这样的情况，由于存在高浓度的铁，所以很难准确测定痕量的镉。

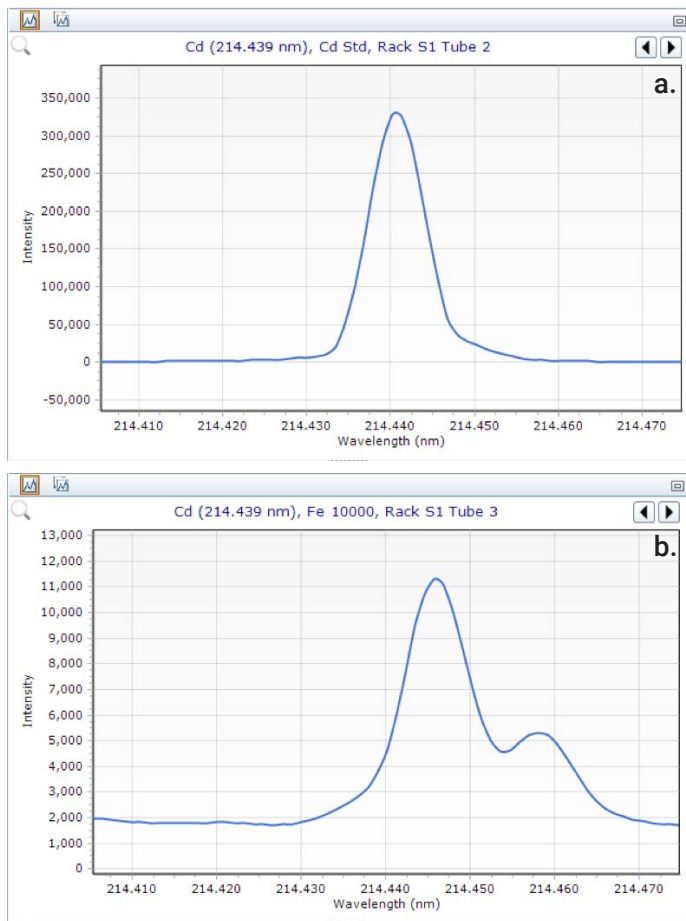


图 1. a) 10 mg/L 镉分析物溶液的 FACT 模型。b) 10000 mg/L 铁干扰物溶液的 FACT 模型

一旦创建好了模型，所有样品的结果会随即更新。每个分析物最多可应用 10 个干扰模型，而且所有的模型都可以在不同方法间转移以备日后分析使用。

峰间距 < 1 pm

ICP-OES 的光学分辨率可通过光学系统的物理属性来表征，并被定义为半峰宽 (FWHM)。它指的是分析物峰信号强度一半处的峰宽度。图 2 中，Cd 和 Fe 峰间的距离大约为 6 pm，ICP-OES 光学系统一般很难完全将它们分开。在图 2 的例子中，FACT 能够通过数学方式分开这两个峰，精密度和准确度 < 2% RSD。即使峰间距仅为 0.6 pm 时，FACT 仍能准确测定分析物浓度，精密度 < 5% RSD，证明它将仪器的光学分辨率提高了 10 倍多（图 3a）。

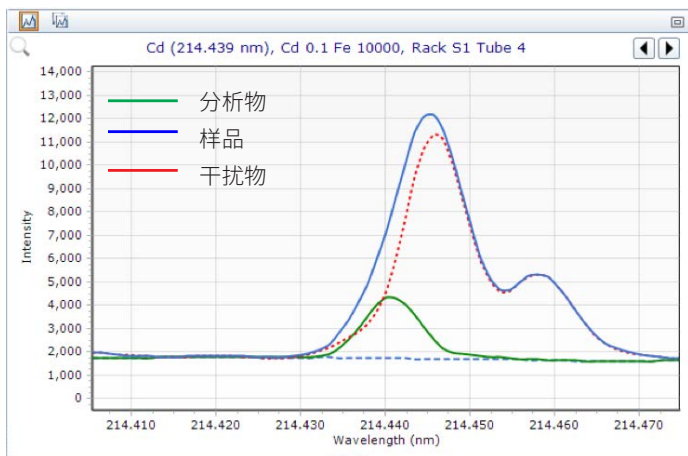


图 2. 关于 FACT 模型应用于受 Fe 干扰的 Cd 214.439 nm 的实例。使用安捷伦 ICP-OES 分析约含 100 $\mu\text{g/L}$ Cd 的 10000 mg/L Fe 溶液

当分析物与干扰物的谱峰在完全相同的波长处直接重叠时，通常最好选择其他谱线。但是，只要知道附近的干扰物的额外光谱信息，FACT 便可准确校正直接重叠的干扰峰。在图 1b 中，Fe 214.445 nm 的峰与 Cd 214.439 nm 处的峰部分重叠，而位于 214.457 nm 处的第二个 Fe 峰使得可以对直接重叠的分析物和干扰峰进行准确校正。

使用 FACT 进行背景校正

溶剂本身，尤其是非水相溶剂，可对分析物峰造成光谱干扰。众所周知，当对有机溶剂稀释过的样品进行分析时，碳的发射会干扰重要元素。例如，在分析油中的磨损金属时，复杂的背景结构使钠和钾的检测限受到影响。传统的背景校正技术无法以足够的准确度或精密度有效测定分析物峰下的背景信号。通过使用 FACT 对复杂的背景结构建模，可更为准确地测定分析物信号。在分析溶于煤油类溶剂（如 Jet-A）中的钠时，FACT 可将定量限降低一个数量级。

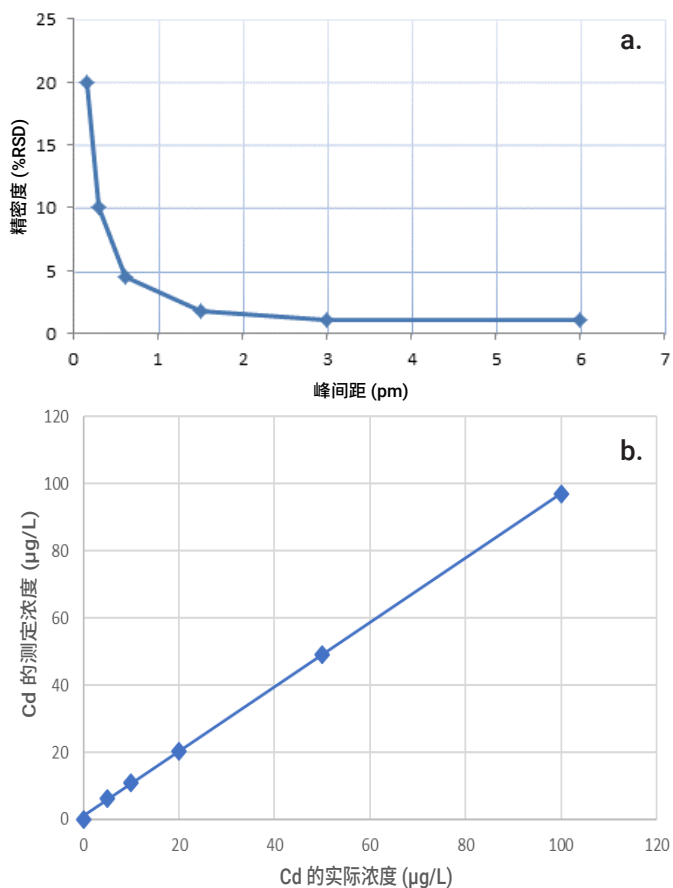


图 3. a) 经 FACT 校正后测得的 Cd 浓度的精密度（重复 50 次），以峰间距的函数表示。b) 相对于 Fe 干扰，在不同水平测定的 Cd 浓度的准确度

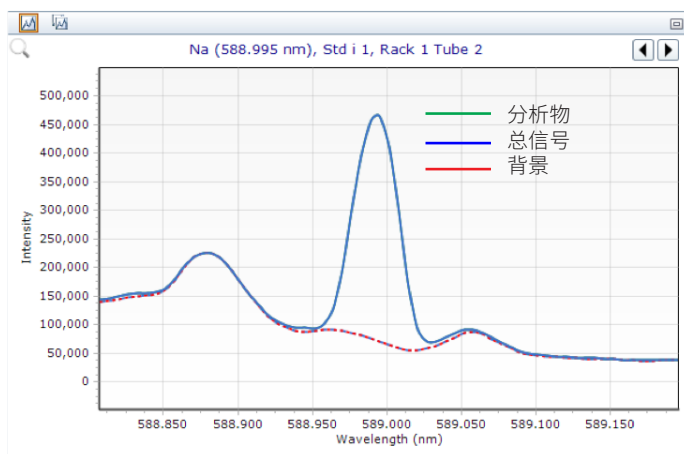


图 4. 使用 FACT 对油中低水平的 Na（使用 Jet-A 稀释）进行准确的背景校正

贵金属分析

在开采及冶炼贵金属时，通常使用 ICP-OES 分析含有高浓度金族和铂族金属 (PGM) (铂、钯、铑、铱、钌和钨等) 以及普通金属 (包括铜、铬、镍、钴、铁和锌) 的样品。通常采用 IEC 来校正可能的光谱干扰，它主要通过分析浓度已知的各个元素的单元素溶液来测定每个分析物/干扰物组合的干扰因子。如果波长选择合适，大多数元素不会受光谱干扰的影响，不过在如此高浓度的样品中很难避免所有干扰。

主发射谱线在 224.268 nm 和 212.681 nm 处的铱是一种重要的贵金属，在分析该元素时 FACT 表现出了极大的优势。尽管选用这两个波长时铱的检测限最低，但是很容易受光谱干扰。如果不进行校正，样品中包括铜、金和铑在内的其他高浓度贵金属及普通金属可能会使报告的结果出现错误。

Ir 224.268 nm

Ir 224.268 nm 谱线受相当强的 224.262 nm 处的铜发射谱线的干扰 (图 5a)。二者峰间距为 6 pm，如果不进行校正，即使相对铱来说浓度中等的铜也会导致结果错误。尽管金和镍干扰比铜干扰弱得多，当浓度大于 1000 mg/L 时，它们更紧密重叠的发射谱线也不容忽视。通过对 Ir 分析物和 Cu 干扰物建模，FACT 可准确校正铜干扰。FACT 可成功校正峰间距仅为 2 pm 的金干扰 (图 5b)。图 6c 表明 FACT 能校正 Au 和 Rh 对 Ir 的干扰，充分说明 FACT 具有准确校正多重干扰的优势。虽然 Au 的干扰峰与 Ir 分析物峰基本上分开了，强干扰信号造成的峰拖尾仍会造成不正确的分析物背景校正。强大的 FACT 软件可轻松解决这些难题，帮助您满怀信心地分析棘手以及复杂样品基质。

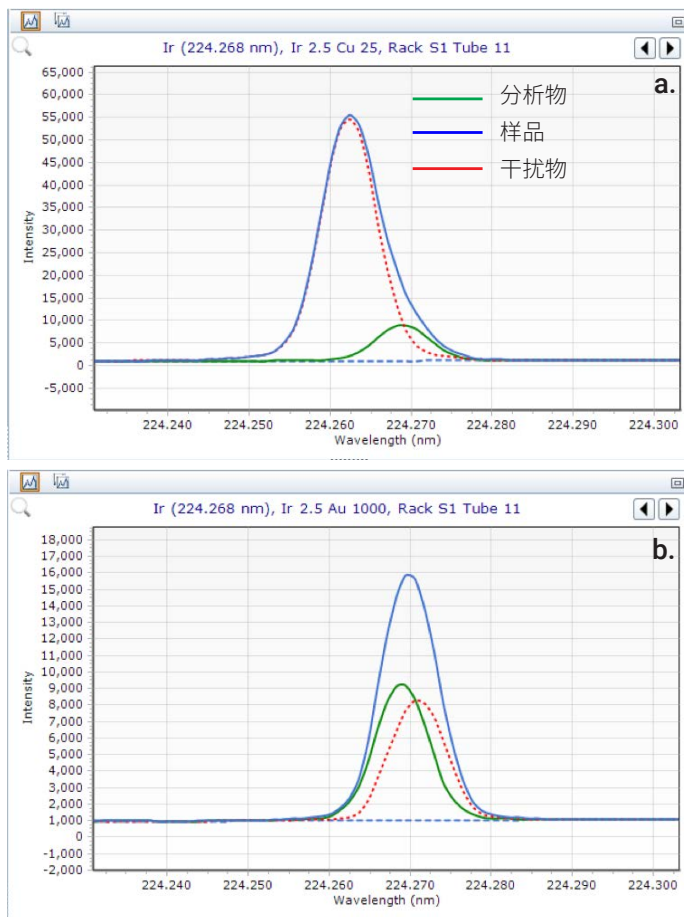


图 5. a) 25 ppm Cu 中的 2.5 ppm Ir 的 FACT 模型。b) 1000 ppm Au 中 2.5 ppm Ir 的 FACT 模型

Ir 212.681 nm

尽管铱的 212.681 nm 谱线不受铜的光谱干扰，但是这条线离中等强度的金发射谱线很近 (图 6a)。虽然 Ir 分析物与 Au 干扰峰完全分离开了，在测定低浓度的铱时，金的信号强度仍会降低结果的准确度。更弱的 Rh 212.675 nm 发射谱线与 Ir 212.681 nm 谱线也有部分重叠 (见图 6b)。

图 6c 表明 FACT 能校正 Au 和 Rh 对 Ir 的干扰，充分说明 FACT 具有准确校正多重干扰的优势。虽然 Au 的干扰峰与 Ir 分析物峰基本上分开了，强干扰信号造成的峰拖尾仍会造成不正确的分析物背景校正。强大的 FACT 软件可轻松解决这些难题，帮助您满怀信心地分析棘手以及复杂样品基质。

总结

FACT 通过使用高级光谱建模技术提供实时光谱校正，以数学方式从原始光谱中分离分析物信号。与元素间校正相比，FACT 的使用更简单，功能更强大，它可准确校正背景，帮助您信心十足地分析光谱复杂的样品。

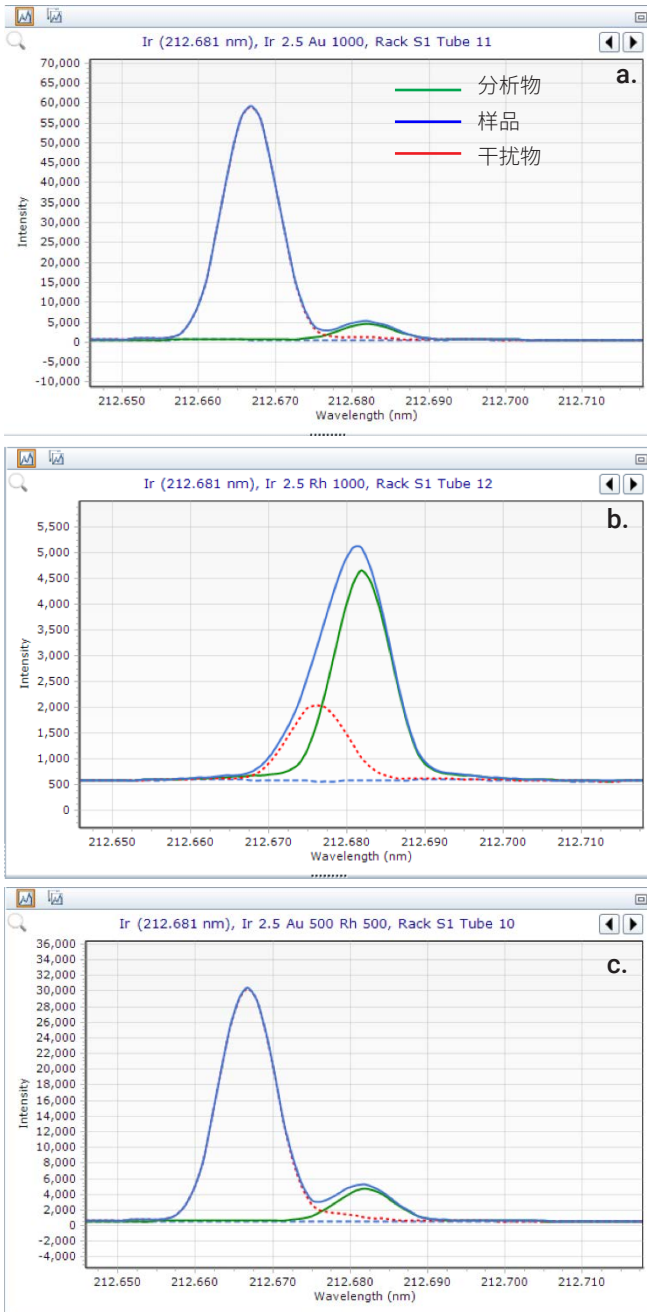


图 6. a) 1000 ppm Au 中 2.5 ppm Ir 的 FACT 模型。b) 1000 ppm Rh 中 2.5 ppm Ir 的 FACT 模型。c) 500 ppm Rh 和 Au 中 2.5 ppm Ir 的 FACT 模型

www.agilent.com

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。