

ICP-MS：掌握接口锥性能的艺术

本文提供有关最佳 ICP-MS 分析性能的建议，并引导您解决仪器维护问题。具体而言，本文将重点介绍接口锥。



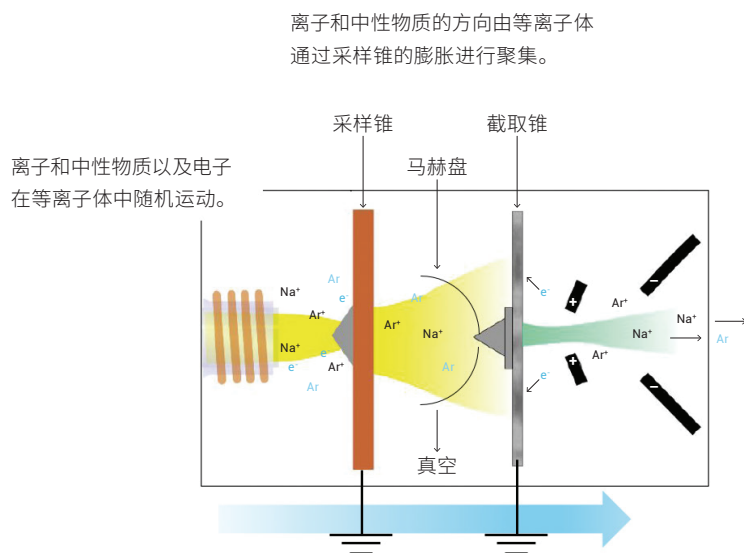
作者

Gareth Pearson
ICP-MS 备件产品经理
安捷伦科技公司，澳大利亚

前言

重点关注接口锥所处的接口区，分析物离子在处于极高温度和大气压下的等离子体内产生。必须将这些离子传输到在极低压力下运行的质谱仪。首先，通过第一个接口锥（采样锥）采集这些分析物离子，然后它们进入低压接口区，在该区域中，离子膨胀并由第二个接口锥（截取锥）和提取透镜的组合进行提取。

图 1 为接口区的示意图。提取透镜和采样锥的目的是使分析物离子通过反应池，然后进入质谱仪的四极杆中。除了从大气压转变为极低的压力以外，重要的是排除任何导致背景信号的光子或中性物质，仅将带正电荷的分析物离子传输到质谱仪。



电子被提取透镜排斥，且离子被提取透镜提取和加速。中性物质不受影响并继续直线行进。

图 1.

安捷伦提供了多款软件工具来优化这一离子传输过程。

启动程序：该工具将自动引导您优化 ICP 内的等离子参数，例如设置炬管轴、雾化器气体流速，以及在标准条件下跟踪仪器的性能。它提供了一份性能报告，其中包含能够在 ICP-MS 的整个生命周期内进行跟踪的重要信息，从而提供历史记录并轻松识别开始出现问题的时间。

自动调谐透镜和提取参数：该工具可消除操作人员差异，并确保获得一致的日常性能，因此离子透镜提取可使您的 ICP 实现最佳性能。我们通常建议您选择运行所有这些启动程序。脉冲/模拟因子通常在各方法中进行设置，因为它们需要针对相应方法中的元素进行更新。然后，我们提供针对仪器的全面调谐以及针对各个批次（从而针对您即将运行的各种方法）的调谐。

接口锥

让我们进一步讨论接口锥。这些接口锥对于 ICP-MS 性能至关重要，因此应定期检查，特别要注意孔口。安捷伦为此提供了一个便携式放大器工具。该放大器有照明灯，可提供 10 倍的放大倍数以及测量刻度。您需要检查孔口是否清洁，是否仍然呈圆形，以及尺寸是否仍然准确。采样锥孔的直径应当是 1 mm。如果它发生堵塞，应进行清洁；如果尺寸增大，则表明其使用寿命结束，应将其更换。

一些常见的接口锥问题可能是由误操作或使用不当引起。接口锥本身非常易碎，特别是截取锥的尖部，该部位非常精细，因此误操作会导致出现问题。在清洁、拆卸和重新安装到仪器的过程中，尖部不应与任何表面接触。

必须使用适合截取锥的截取锥基座 — 此处需要牢记的关键点是所用的材料。镍截取锥需要使用不锈钢截取锥基座，这也是 x 透镜系统的默认配置。如果您使用的是铂截取锥，则需要配套使用黄铜截取锥基座。这是安捷伦半导体配置仪器的默认配置。它能够控制尖部温度以防过热，并确保基质以均匀的方式沉积到尖部。

这里有一个平衡点，既应保持接口锥清洁以确保它们的性能，也不应对它们进行不必要的清洁。这是由于对接口锥的任何清洁都会缩短它们的寿命。您必须重点关注接口锥的尖部，特别是孔口的状态 — 当然无需通过清洁/抛光使接口锥的表面回到原始状态。接口锥表面的外观在本质上并不重要，但是我们需要确保孔口尺寸正确、清洁且形状正确（图 2）。

在安装新接口锥或对现有接口锥进行清洁时，需要对它们进行老化。建议进行老化，因为它会减少由于样品基质初始沉积在洁净的接口锥表面上而引起的漂移。目的是与接口锥表面上的基质达到平衡 — 薄薄的一层基质可以提高灵敏度，因为它会降低背景水平，特别是对镍和铜。

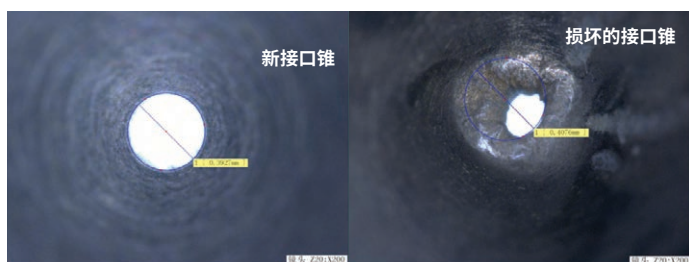


图 2.

安捷伦的默认老化建议是吸取 50 ppm 钙溶液。该溶液可以用 1% 硝酸配制，然后吸取约 10 分钟。然后，应再吸取冲洗溶液（例如使用 1% 硝酸）10 分钟，这样可以充分老化接口锥。

实际上，如果您每天运行相同类型的样品基质，则可以吸取样品的典型基质约 15 分钟，这一过程可作为仪器预热的一部分完成。点燃等离子体，吸取样品而不是仅仅冲洗，该过程在用空白或冲洗溶液进行 10 分钟初始预热后执行 — 这将使接口锥适合您特定的分析。

对于环境实验室，第三种选择是吸取干扰检测溶液（[6020 干扰检测溶液 A](#)，部件号 5188-6526）。应使用超纯水按体积将该溶液稀释 10 倍，然后吸取最多 30 分钟。建议使用包括自动调谐的通用等离子体条件和无气体模式。然后用 5% 硝酸冲洗 10 分钟。

如上所述，应利用仪器预热时间，这样将不会额外增加分析的延迟时间。图 3 显示了一些状况很好的接口锥 — 这是它们在分析开始时应当具有的状态。

那么，为何需要清洁接口锥？何时需要清洁？如上文所述，不应过度清洁接口锥，因为这会缩短它们的有效寿命。当您发现灵敏度下降、长期精密度不佳或由于基质或来自接口锥的镍或铜造成背景升高时，通常需要进行一些维护。

您可能还会注意到接口真空度的变化。通常，如果接口锥开始堵塞，或者孔口被堵塞，则接口锥真空度可能会偏离其正常水平，这同样表明需要进行一些维护。如果接口锥如图 4 所示（与图 3 相比），则表明沉积的基质过多（特别是在孔口周围），此时需要对接口锥进行清洁。

请记住，在清洁接口锥时，目的并非让它们恢复到与新品一样的状态，而是如图 3 所示的接口锥状态，表面存在均匀的基质沉积物。

安捷伦提供了清洁接口锥的分步操作步骤建议。常规情况下，通常只需要在纯水中对接口锥进行超声处理。我们提供了末尾带细尖端的棉签，它可用于清洁接口锥的背面，并确保孔口清洁。您只需用这种棉签蘸水擦拭，然后在纯水中对接口锥超声处理至少 5 分钟（通常为 20 分钟），再根据需要重复操作即可。根据经验，在超声处理后检查水是否保持清洁。

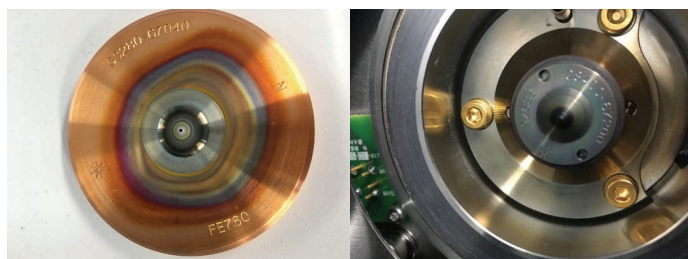


图 3.

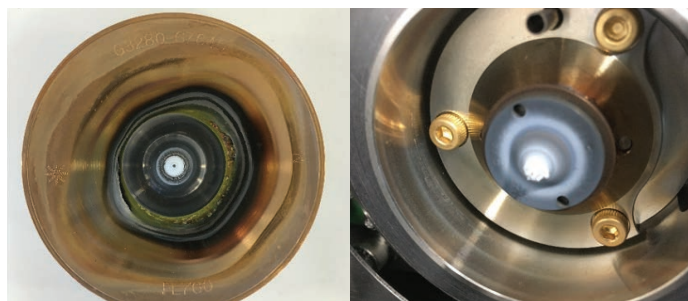


图 4.

接下来，仅在您的应用需要时，才使用 2% Citranox 溶液进行清洁。我们建议仅超声处理 2-3 分钟，用纯水冲洗接口锥，然后在纯水中超声处理约 5 分钟，以确保除去所有 Citranox 残留物。如需了解更多信息，请访问 www.agilent.com/en/promotions/icp-ms-resource。

那之后，大多数接口锥都应处于清洁状态，并可重新使用。对于更严重的污染，在重新安装接口锥并检查分析的灵敏度和性能后，我们建议使用 2% 硝酸进行更彻底的清洁。不得将接口锥在酸中进行超声处理或浸泡于酸中，因为酸侵蚀会使接口锥的表面产生凹陷。而是用棉签蘸取 2% 硝酸，并用其清洁接口锥的两侧。然后用纯水冲洗接口锥，在纯水中超声处理几分钟，然后重复该过程，以确保除去所有酸残留物。一旦接口锥清洁完成，在重新安装之前，应检查采样锥后的石墨垫片的状况 — 如果它变形或撕裂，则将其更换。

使用截取锥拆卸工具安装并拧紧截取锥，然后用固定环重新安装采样锥，该固定环只得用手拧紧。确保安装正确的最佳方法是点燃等离子时，系统能够顺利进入分析模式。另外，了解系统的典型接口压力，并检查该压力，以确认接口正常运行。

我们对使用 x 透镜配置的 Agilent 7900 ICP-MS 的安捷伦原厂接口锥的性能进行了深入研究（镍采样锥和镍截取锥），并作为基准与其他接口锥制造商的产品进行了比较。您可以[单击此处阅读全文](#)，下文重点介绍一些主要发现。

图 5 显示了采样锥和截取锥重量的对比。安捷伦接口锥的结果显示在左侧，与其他制造商的接口锥形成对比。要点在于不同制造商的接口锥各不相同，可以按照制造商对其分组。这些差异可能会也可能不会导致性能问题，但它肯定表明接口锥的制造方法不同，并超出了安捷伦规格要求。

图 6 显示了利用自动化启动程序和用于低浓度基质条件下的自动调谐所获得的灵敏度结果比较。开箱即用的全新接口锥的结果显示在上图中，从中可以看出安捷伦接口锥（蓝色）优于第三方接口锥。图 6 中的下图显示了在前文所述的用于环境实验室的老化程序（使用 ICS 标准品）下获得的结果。安捷伦接口锥专为这些程序而设计，可提供最佳灵敏度。

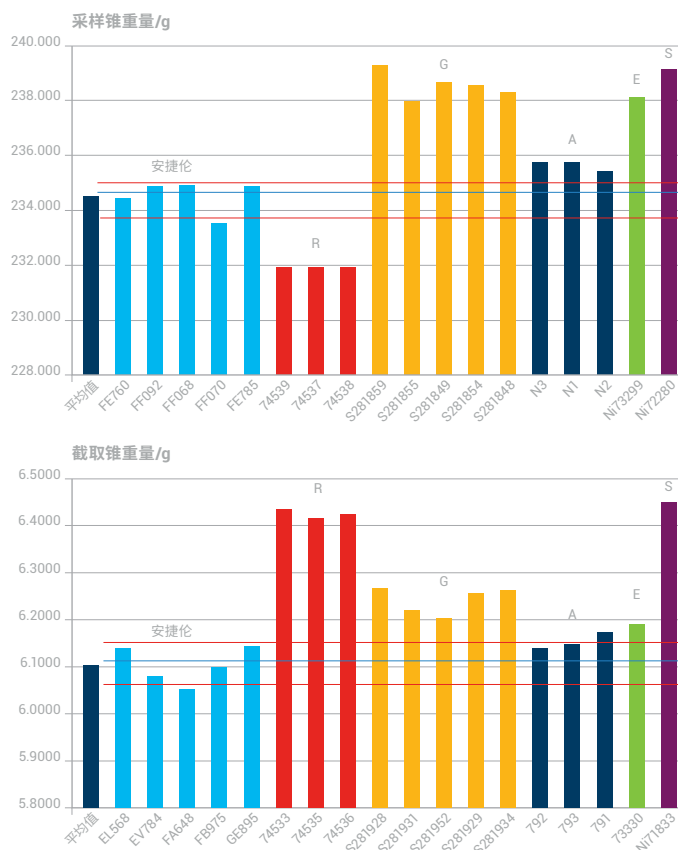


图 5.

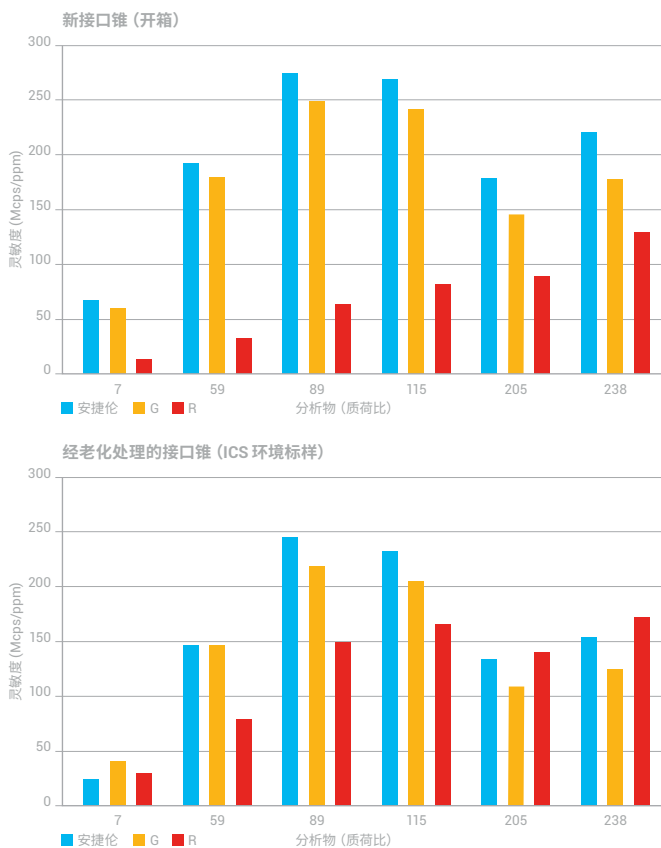
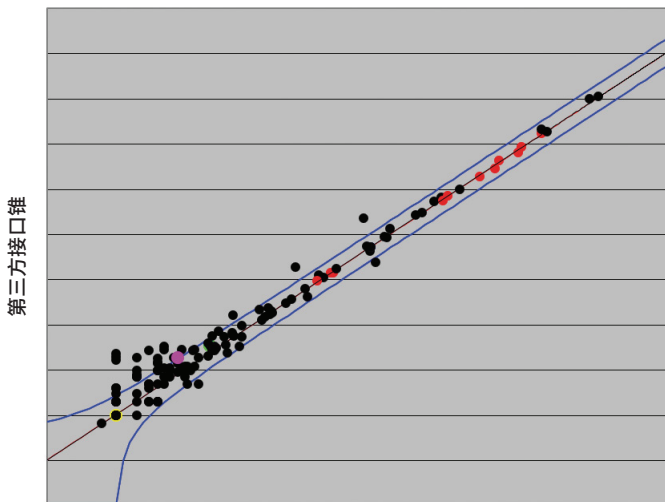


图 6.

我们还考察了背景。对于背景等效浓度 (BEC) 水平，背景与灵敏度都非常重要。图 7 显示了用于测试样品全质量扫描的安捷伦原厂接口锥与第三方接口锥之间的比较。蓝线表明自然变化的水平，而高于上限的值表示测试接口锥在特定质量数下的背景过高。这是无气体模式下的一个例子，它清楚地表明，采用第三方接口锥使许多质量数下的背景更高。



安捷伦原厂接口锥

图 7.

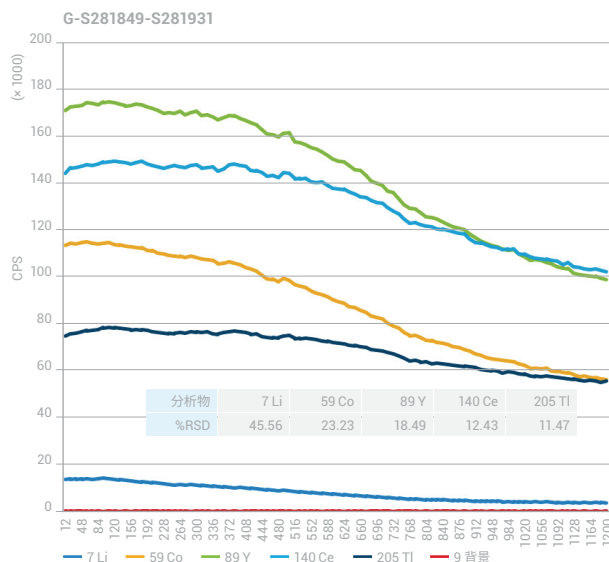
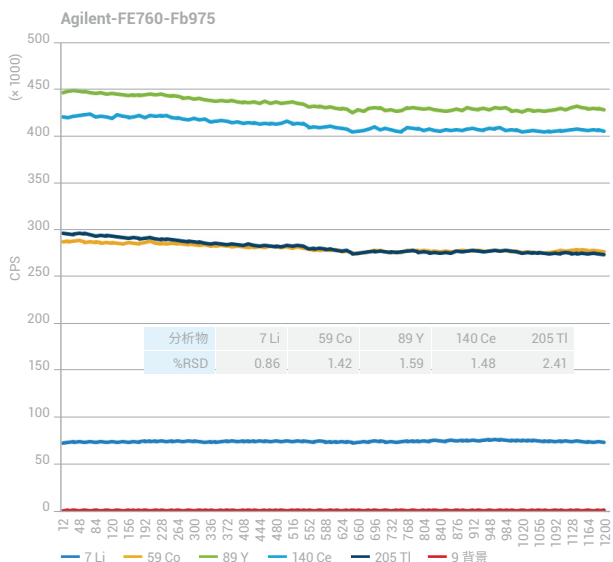


图 8.

在氦模式和使用气溶胶稀释的情况下可以看到类似的结果，对于不同的制造商而言，整个质量数范围内的背景有所升高，并且在不同制造商之间，那些第三方接口锥在相同质量数下存在问题 — 这会影响您在分析中获得的 BEC。

接下来，我们来讨论短期（20 分钟）和长期稳定性。所有安捷伦测试接口锥通常都符合所需的规格要求；测定锂时的长期稳定性除外，它是最难以分析的元素。许多第三方制造商的产品首先面临锂分析的问题，同时在稳定性方面存在很多缺陷。图 8 突出显示了最糟糕的情况 — 在左侧，可以看到典型的两小时稳定性迹线，该迹线放大显示了所有变化，其中还列出了百分比 RSD 值。我们通常预期该时间范围内的 RSD 低于 3%。在右侧，可以看到第三方接口锥导致显著的仪器信号漂移。所有接口锥都以完全相同的方式进行处理，并采用我们推荐的环境实验室程序进行老化，结果突显出在使用第三方接口锥时需要更加谨慎。

回到针对您的应用选择合适类型的接口锥（表 1），安捷伦提供了多种不同的材料，能够满足您的具体需求。对于 x 透镜系统，默认材料是镍采样锥和镍截取锥，其适用于大多数常见应用。镍具有良好的耐热性和耐化学腐蚀性，可实现最经济的运行。

表 1.

| 接口锥类型 | 适合哪种 ICP-MS 型号? | 需要的截取锥基座 | 推荐应用 |
|-----------|--|----------|---|
| 镍采样锥/截取锥 | 7500a/i/c/ce/cx、7700x/e、7800/7900 和带 x 透镜的 8800/8900 的标配 | 不锈钢 | 适合于大多数常规应用。 良好的耐热和耐化学腐蚀性。 提供最经济的操作。 通常使用 3-5 个/年 (按每天约 350 个样品计) |
| 镀镍采样锥 | 所有 77/78/7900 和 88/8900 型号的选件 | - | 用于含 > 0.5% HCl 的样品, 或用于气溶胶稀释率最高、采用 (U)HMI 的常规操作 |
| 铂采样锥/截取锥 | 7500/cs、7700s、带 s 透镜的 7900 和 8800/8900 半导体配置的标配。 其他型号的选件。 | 黄铜 | 强酸分析 (特别是氢氟酸) 和当 O ₂ /Ar 可选气体用于有机溶剂的分析时要求使用。 对于 H ₂ SO ₄ 或 H ₃ PO ₄ 等高黏度和高沸点酸, 使用带有大尺寸 18 mm 嵌片的采样锥 |
| 带铜基座的铂截取锥 | 7700s、7900、8800/8900 半导体配置和 8900c 的标配 | 黄铜 | 推荐用于 LOD 最低和较高基质的样品。 通常使用 1-2 个/年 (按每天约 350 个样品计) |
| 带镍基座的铂截取锥 | 8900m 的标配 | 黄铜 | 推荐用于有机物分析 |



镍截取锥



不锈钢截取锥基座



铂截取锥



黄铜截取锥基座

采样锥本身具有铜基座, 我们也建议客户在日常分析高氯化物基质或使用气溶胶稀释与 HMI 等离子体模式 (产生更高温度的等离子体) 时换用镀镍铜基座。该基座使您的系统在这些条件下具有更高的耐受性, 并使您的采样锥具有更长的使用寿命。

安捷伦还提供了铂采样锥和截取锥。这些接口锥是 s 透镜系统和半导体仪器的默认配置。我们需要使用这些接口锥分析强酸 (尤其是氢氟酸), 在您使用氧气可选气体燃烧掉等离子体上的碳负载时, 我们也强烈建议将其用于有机物分析。

我们还提供了一款带有大嵌片的高端铂接口锥, 该接口锥采用 18 mm 嵌片代替 12 mm 的标准嵌片, 由于前者具有更强的耐受性, 因此推荐将其用于腐蚀性极强的酸, 如硫酸和磷酸。通常, 安捷伦提供铜基座作为标准配置, 但也提供带有镍基座的铂截取锥用于有机物分析。

最近我们推出了三种接口锥维护工具包。这些工具包专门用于提供维护接口锥所需的一切, 其中包括两个采样锥 — 您可以选择带有铜基座的标准镍接口锥、镀镍接口锥或铂接口锥。该工具包中包括一个放大器工具, 可帮助您进行接口锥维护和检查, 并包括一包棉签和采样锥垫片。如需了解更多详情, 请参阅 www.agilent.com/cs/library/flyers/public/5991-8673-icpms_conecarekit_flyer.pdf

安捷伦针对铂接口锥提供了回收计划。该计划不仅包括接口锥, 而且包括炬套, 因此您可以将用过的任何铂接口锥返回安捷伦, 换取未来购买接口锥和炬套时的优惠。如需了解更多详情, 请访问 www.agilent.com/chem/Ptcone

技巧与资源

最后，下文提供了一些窍门、技巧和资源，可帮助您执行维护程序，并使 ICP-MS 实现最佳性能。

一天结束时的推荐程序：按照以下步骤操作

1. 在关闭等离子体之前吸取酸冲洗溶液几分钟。这将有助于防止样品在运行后沉积到雾化器内部
2. 熄灭等离子体，并关闭冷却器
3. 从冲洗溶液中取出样品毛细管，再次启动泵并从雾化室中泵出残余的所有冲洗溶液
4. 松开泵管上的压力调节螺丝，并从固定槽中取下压臂。确保管线不再受泵滚轮挤压
5. 清空废液容器
6. 关闭当前工作表 — 使 Mass Hunter 软件保持运行
7. 保持电源开启。这使仪器保持在待机模式（确保最快启动）

维护计划：维护计划是每天检查气体管线的压力，如果压力低于规定的水平，将在软件中收到预警，但是需要确保对气源进行良好的控制；检查蠕动泵管线，放在手指之间滚动，确保它没有被压扁且仍然有弹性；目视检查玻璃器件和样品引入系统内的所有连接，并查看采样锥的外观（打开仪器的盖板即可看到），确保其具有良好的外观，且尖端未沉积高含量基质。根据需要，更换蠕动泵管线（通常每周一次）。检查炬管，检查通常会忽略的循环装置，并检查旋转油泵的接口真空度；根据颜色检查油位和油的状况，并根据需要进行维护。

早期维护反馈：安捷伦提供软件提示以帮助进行维护 — 早期维护反馈 (EMF)。EMF 窗口显示各种组件的使用情况，并预测何时需要执行维护。该功能通常用于前级泵，对此我们建议每六个月更换一次泵油，但是这一计划是完全可定制的，因此您可以在熟悉系统后自行设置限值（图 9）。

您还可以利用用户日志。如果您有多个用户，则用户日志可以作为一种便捷的工具，可以在其中输入已完成的维护，自动记录时间和日期，并记录到仪器历史中。

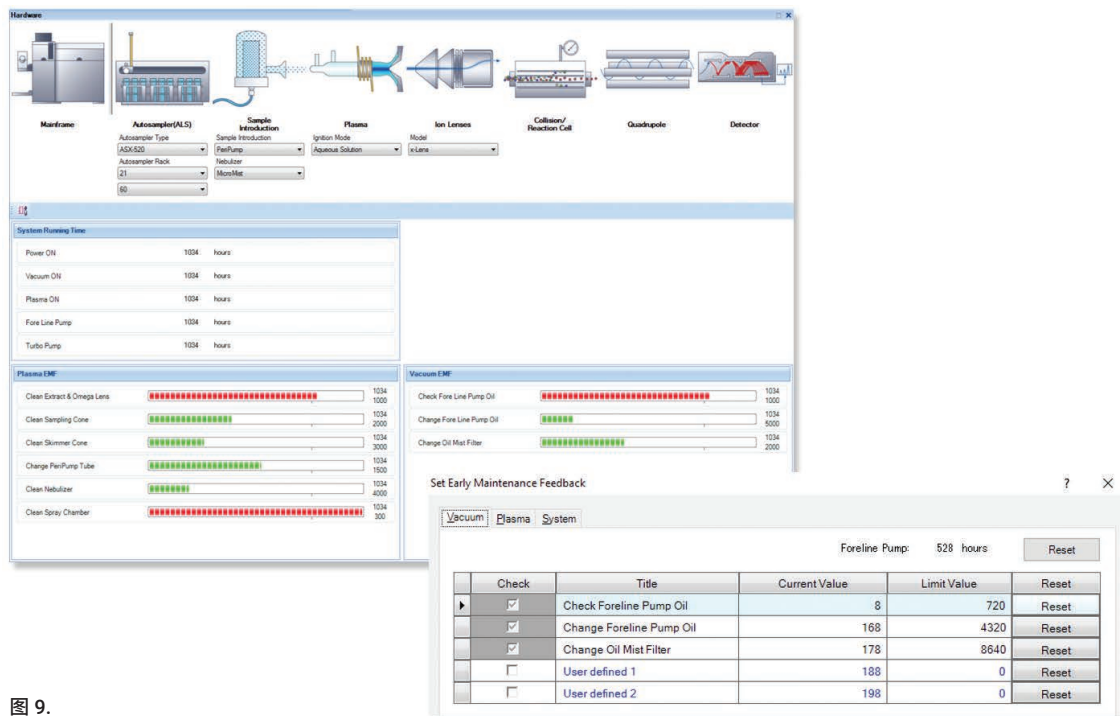


图 9.

ICP-MS 的主要消耗品：为避免任何停机时间，确保您拥有所有玻璃器件的更换备件，例如炬管、雾化室、雾化器（因为它们在更换时可能会损坏）、管线接头和接口锥。不要忘记与自动进样器相关的任何部件（样品管、支架、探头和传输管线）；如果您使用的是切换阀系统（ISIS 系统），那么还需要准备管线和接头的更换部件。

为简化订购过程并确保您拥有这些必需备件，安捷伦生产了可定制的基本工具包，其中包括 ICP-MS 运行 12 个月所需的典型组件。提供了适用于不同型号的工具包，您也可以选择适合 ICP-MS 配置的备件，其中包括所需的接口锥类型。如需了解更多信息，请参阅 www.agilent.com/cs/library/brochures/5991-5006ZHCN_ICP-MS_Supplies_Kit_Brochure.pdf

安捷伦还生产了种类齐全的用于原子光谱分析的无机和金属有机标准品，无论您使用的是 AAS、MP-AES、ICP-OES 还是 ICP-MS，都可以在 www.agilent.com/en/product/chemical-standards 上找到完整的详细信息，或查看我们的标准品目录 www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-5678CHCN.pdf。其中包括推荐用于检查仪器性能的原始调谐溶液和波长校准溶液。

此外，我们可以提供定制的无机标准品，允许您选择所需的浓度、元素各类以及所处的基质，并确保快速交货。这些标准品可通过安捷伦的 Ultra Scientific 部门，在 www.ultrasci.com/components/customstandard 上在线订购。定制产品根据客户的特定要求进行制造，然后由我们经过 ISO 9001、17025 和 Guide 34 认证工厂的专业化学家团队进行确认和认证。

安捷伦 ICP-MS 在线资源库

本文主要用作培训资料，确保您能充分利用您的仪器，且不受仪器问题的困扰。作为这项培训的一部分，安捷伦开发了一个专用网页 — ICP-MS 在线资源库 www.agilent.com/en/promotions/icp-ms-resource — 您可以从中找到引导您完成维护程序的视频链接，以及有助于确保您的 ICP-MS 无故障运行的窍门、技巧及其他文献。

总结

大多数仪器故障发生在样品引入区域，因此一定要注意接口锥、泵管、废液管线、炬管、雾化室和雾化器，从而获得良好的日常仪器性能。下面列出了资源列表，这些资源将帮助您最有效地利用 ICP-MS：

[安捷伦原子光谱 YouTube 频道](#)

[ICP-MS 部件和备件](#)（网上商城）

[安捷伦 ICP-MS 应用简报](#)

[安捷伦 ICP-MS 快速参考指南](#)（列出了最常用的消耗品）

[安捷伦光谱消耗品目录](#)

[用于原子光谱分析的安捷伦高质量无机和金属有机标准品](#)

[用于珀金埃尔默 ICP-OES 和 ICP-MS 系统的安捷伦备件目录](#)

[有关原子光谱的安捷伦网络研讨会视频](#)

安捷伦还出版了安捷伦 ICP-MS 季刊 (www.agilent.com/en-us/newsletters/icpmsjournal)，该期刊包含实际应用、更新，对于 ICP-MS 用户来说，是非常有用的信息来源。您可以单击上面的蓝色链接进行订阅。

最后，如果您需要任何帮助、获取有关您应用的具体建议或有关仪器的详细信息，请联系安捷伦专业人员。我们还提供安捷伦大学 (www.agilent.com/en/technology/agilent-university)，特别用于培训新员工或相关技术的新用户。提供针对所有安捷伦仪器的预防性维护，以确保它们处于最佳运行状态，我们可以根据您的需求提供方法和应用咨询。

作者简介

Gareth Pearson (ICP-MS 备件产品经理, 安捷伦科技公司, 澳大利亚)



Pearson 博士于 2003 年毕业于英国赫尔大学, 获得化学与分析化学和毒理学专业硕士学位。他于 2007 年完成了有关 ICP-MS 的博士论文, 论文题目是 “Elemental Speciation and Miniaturised Sample Introduction Studies for ICP-MS” (ICP-MS 元素形态分析和小型化样品引入研究)。自 2007 年以来, 他一直在英国和澳大利亚担任光谱和样品前处理仪器产品经理。目前, Pearson 博士是位于澳大利亚墨尔本的安捷伦科技公司光谱技术创新中心的 ICP-MS 备件产品经理。他在分析化学和光谱方面拥有超过 15 年的经验。

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

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，2019
2019年4月11日，中国出版
5994-0860ZHCN

