

光化学蒸气发生-电感耦合等离子质谱仪联用设计

邓秀琴, 高英*

(成都理工大学 地球与行星科学学院, 四川 成都 610059)

摘要: 电感耦合等离子质谱仪 (ICP-MS) 常用于元素的含量分析。光化学蒸气发生 (PVG) 利用光化学反应将分析物转化为相应的挥发性物质, 并可以将分析物从样品基质中有效分离出来, 有潜力作为 ICP-MS 的样品引入替代技术。为解决传统气动雾化器样品引入效率低, 样品基体效应影响大的问题, 将 PVG 系统替代 ICP-MS 传统的气动雾化装置, 开发了 PVG-ICP-MS 联用仪器。PVG 与 ICP-MS 联用, 可以减小分析过程中样品基质的影响, 显著提高样品引入效率和分析灵敏度 (最高可达 100%), 拓展 ICP-MS 的应用范围, 有望为复杂基体样品中元素高灵敏分析方法的建立提供技术支撑。

关键词: 光化学蒸气发生; 电感耦合等离子质谱仪; 样品引入效率; 基体干扰

Design of photochemical vapor generation - inductively coupled plasma mass spectrometer combined analytical instrument

GAO Ying, DENG Xiuqin

(College of Earth and Planetary Sciences, Chengdu University of Technology, Chengdu, Sichuan, 610059, China)

Abstract: Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) is commonly used for elemental content analysis. Photochemical Vapor Generation (PVG) utilizes photochemical reactions to convert analytes into corresponding volatile compounds and effectively separates them from the sample matrix, showing potential as an alternative sample introduction technique for ICP-MS. To address the issues of low sample introduction efficiency and significant matrix effects associated with traditional pneumatic nebulizers, a PVG system was integrated to replace the conventional pneumatic nebulization setup in ICP-MS, leading to the development of a PVG-ICP-MS coupling instrument. The coupling of PVG with ICP-MS can significantly reduce matrix interferences from the sample matrix during analysis and substantially improve sample introduction efficiency (up to 100%). This expands the application scope of ICP-MS and is expected to provide technical support for the development of highly sensitive analytical methods for elements in complex matrices.

Keywords: Photochemical vapor generation, inductively coupled plasma mass spectrometry, sample introduction efficiency, matrix interference.

样品的引入方式直接影响分析仪器的性能。气动雾化进样是液体样品引入是原子光谱和无机质谱分析中最常采用的进样技术。气动雾化进样的原理是基于动力学原理将溶液试样变成气溶胶并传输到原子化器的进样方式。具体来说,当高速气流从雾化器喷口的环形截面喷出时,在喷口毛细管端部形成负压,试液从毛细管中被抽吸出来。运动速率远大于液流的气流强烈冲击液流,使其破碎形成细小雾滴。^[1-5] 气动雾化进样具有简单、快速等优点。然而,其进样效率低,导致分析灵敏度大打折扣;样品基体与目标分析物一同进入仪器,常常会影响分析的准确性。通过改变样品的引入方式可解决上述问题。

光化学蒸气发生(PVG)是指低分子质量有机化合物经紫外光照射产生还原性自由和光生电子,利用自由基和电子可将目标分析物转化为挥发性或形态。将其作为仪器的进样方法,可提高分析的灵敏度,减小样品基体的影响,提高仪器的分析性能。因此,结合 PVG 的原理和 ICP 样品引入形式的需求,本文设计了 PVG 系统与 ICP-MS 相结合的联用装置,为解决 ICP-MS 在实际应用中的局限性提供帮助。

1 PVG-ICP-MS 联用仪器的设计

PVG 系统主体部分的设计。PVG 系统包括一个 19 W 的薄膜流通式紫外灯,一台配备两个蠕动泵的 IFIS-D 型流动注射仪和两个串联的气液分离器。紫外灯有两个接口,一侧连接进样管,负责样品的引入;一侧负责连接 Ar 载气输送管和气液分离器。Ar 载气输送管和气液分离器通过三通连接到紫外灯接口。两个串联的气液分离器分为一级气液分离器和二级气液分离器。一级气液分离器共有三个出口,分别连接紫外灯接口,废液管和二级气液分离器。二级气液分离器共有两个出口,分别连接一级气液分离器和 ICP-MS。为了避免反应中产生的水蒸气及酸蒸气等杂质进入 ICP-MS,将气液分离器设计为浸没于冰浴中。IFIS-D 型流动注射仪的两个蠕动泵分别控制样品的引入和废液的排放。

PVG 和 ICP-MS 的串联设计。将 ICP-MS 原本的进样管,废液管,以及连接在弯管上的雾化器取下,用 PVG 系统取代。PVG 系统与 ICP-MS 的弯管通过 PVC 软管进行连接。

PVG-ICP-MS 联用实验步骤如下:①样品溶液通过蠕动泵引入紫外灯中进行光化学反应;②经光反应后生成的挥发性物质和废液在 Ar 载气的推动下进入一级气液分离器,挥发性物质从液体样品中分离进入到二级气液分离器,反应中产生的水蒸气及酸蒸气等杂质冷凝

后随废液在一级气液分离器中通过废液管一同排出；③进入到二级气液分离器的挥发性物质由 Ar 载气传输至 ICP-MS 进行检测。

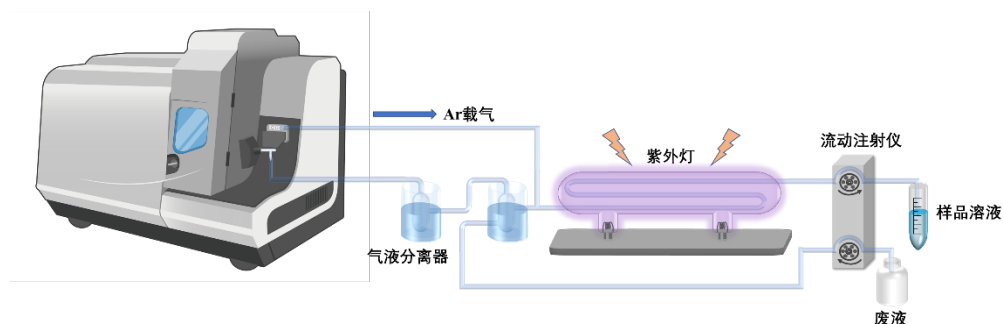


图 1. PVG-ICP-MS 联用仪器示意图。

2 结论

本文实现了 PVG 系统与 ICP-MS 联用的设计。根据 PVG 的反应原理，实现了分析物以气体形式进入 ICP-MS，完成了 ICP-MS 进样装置和进样方式的改进。分析物以气体形式进入检测器，均匀且分散性好，确保了等离子体炬焰的稳定性。同时，解决了传统气动雾化方法样品引入效率低的问题，最高可实现 100% 的样品引入效率，可显著提高分析方法的灵敏度。PVG 通过将元素转化为挥发性物质，减少了液体直接进样时的基体干扰，拓展了 ICP-MS 的应用范围，有助于开发用于元素痕量/超痕量分析的稳健方法，具备广泛的应用前景。

参考文献：

- [1] Montaser A, Minnich M G, McLean J A, *et al.* Inductively coupled plasma mass spectrometry[M]. New York: John Wiley & Sons, 1998: 83-264.
- [2] Hill S. Inductively Coupled Plasma Spectrometry and its Applications 2nd Edition[M]. UK: Sheffield Academic Press, 2006.
- [3] Todoli J L. Liquid Sample Introduction in ICP Spectrometry[M]. Amsterdam: Elsevier, 2008.
- [4] Browner R F, Boorn A W, Smith D D. Aerosol transport model for atomic spectrometry[J]. Anal. Chem., 1982, 54(8): 1411-1419.
- [5] Dziewatkoski M P, Daniels L B, Olesik J W. Time-resolved inductively coupled plasma mass spectrometry measurements with individual, monodisperse drop sample introduction[J]. Anal. Chem., 1996, 68(7):1101-1109.