

降低氦气流速对电感耦合等离子体质谱仪分析性能的影响

陈磊¹, 张博文^{1,2}, 崔剑锋², 唐兴斌²

(北京莱伯泰科仪器股份有限公司, 北京市 100000)

摘要: 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 使用高纯氦气 (纯度: >99.995%) 作为工作气体, 氦气消耗是 ICP-MS 运行费用中重要的一部分。一般来说, 氦气的用量为 15L~18L/min 左右。15~18L/min 的高纯氦气消耗极大增加了行业用户分析成本, 对于难以获得方便氦气补充的偏远地区或关注效费比的三方检测单位来说更是其选择仪器时关注的重点之一。降低氦气消耗量, 已成为所有 ICP-MS 用户的迫切需求, 更低的氦气消耗可以有效增加分析时长, 节约使用成本。通过优化采样深度、ICP 功率等仪器条件, 全面评估了 ICP-MS 使用不同氦气流速对炬焰稳定性、灵敏度的影响, 同时在该氦气流速条件下测定了生活饮用水中的 27 种元素含量。结果表明: 氦气流速降低至 11L/min, 仪器灵敏度没有明显降低; 对生活饮用水中 27 种元素进行分析, 仪器检出限、重现性、长期稳定性、准确度均满足 GB5750 的要求。

关键词: ICP-MS; 离子源; 氦气; 使用成本; 灵敏度; 稳定性

电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 使用高纯氦气 (纯度: >99.995%) 作为工作气体。在分析过程中氦气用于产生和维持电感耦合等离子体, 当氦气在高强度的电磁场中被激发时, 会形成高温的等离子体。这个等离子体能够有效地将样品中的待测元素离子化, 从而进行元素分析。99.995%以上的高纯氦气可以确保等离子体的稳定性和分析的灵敏度, 它不仅帮助形成稳定的等离子体, 而且有助于保持较低的仪器背景, 从而提高分析的准确性。

一般来说, ICP-MS 的氦气的用量为 15L~18L/min 左右。运行中的 ICP-MS, 4h 即消耗一瓶 40L 的氦气, 按一天工作 8h 计算, 一天就要用掉 2 瓶氦气。15~18L/min 的高纯氦气消耗极大增加了行业用户分析成本, 对于难以获得方便氦气补充的偏远地区或关注效费比的三方检测单位来说更是其选择仪器时关注的重点之一。降低氦气消耗量, 已成为所有 ICP-MS 用户的迫切需求, 更低的氦气消耗可以有效增加分析时长, 节约使用成本。

本文通过优化采样深度、ICP 功率等仪器条件, 全面评估了 ICP-MS 使用不同

氩气流速对炬焰稳定性、灵敏度的影响，同时在该氩气流速条件下测定了生活饮用水中的 27 种元素含量。评估了低氩气消耗情况下，生活饮用水检测的检出限、重现性、长期稳定性及准确度。

1 实验部分

1.1 仪器与设备

LabMS 3000 电感耦合等离子体质谱仪（北京莱伯泰科仪器股份有限公司），Milli Q 型超纯水系统（美国 Millipore 公司）

1.2 试剂与材料

Ag Al As B Ba Be Cd Co Cr Cu Fe Mn Mo Ni Pb Sb Se Sn Ti Tl V Zn（10 μ g/mL，国家有色研究院），Li Sr（100 μ g/mL，国家有色研究院），Ca K Mg Na（100 μ g/mL，国家有色研究院），电子级硝酸（上海安谱实验科技股份有限公司），实验用水均为超纯水（电阻率 ≥ 18.25 M Ω ·cm）。

2 结果与讨论

2.1 不同氩气（冷却气）流速下对仪器灵敏度的影响

灵敏度对 ICP-MS 至关重要，它是衡量质谱仪性能的重要指标之一，它可以影响到质谱分析的准确性和可靠性。低功率可以有效降低冷却气流速，但是低功率下也会意味着等离子体中心通道温度较低，离子化效率低从而导致灵敏度降低。测试调节功率及冷却气流速，测试 Se 元素的

灵敏度，不同功率及冷却气流速与 10ppb Se 溶液灵敏度间关系如图 1 所示。

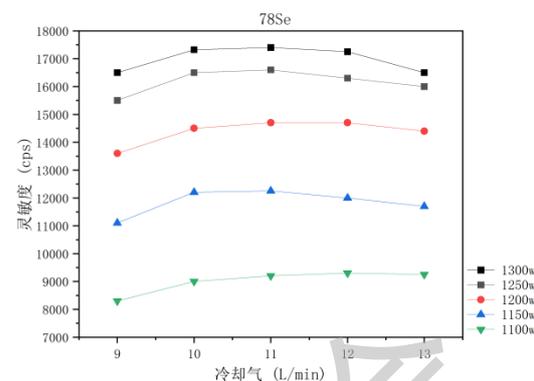


图 1 不同功率及冷却气流速下 10ppb Se 溶液灵敏度

从图 1 可以看出，功率对难电离元素 Se 得灵敏度影响较大。相同功率下，降低冷却气流量对难电离元素 Se 的灵敏度影响较小。

综合考虑灵敏度及氩气消耗量，确定使用 1300W 功率，11L/min 冷却气流速作为分析条件。在此条件下测定了生活饮用水中的 27 种元素，分别从检出限、重复性、准确度及稳定性几个方面验证降低氩气流速对仪器分析性能的影响。

2.2 生活饮用水中 27 种元素分析

1) 方法检出限测试

在 KED 模式下，按照 GB/T 5750.6 推荐的曲线最大浓度 10% 制备成多元素混合水质基体标准物质，进行方法检出限测试，测试结果如图 2 所示。

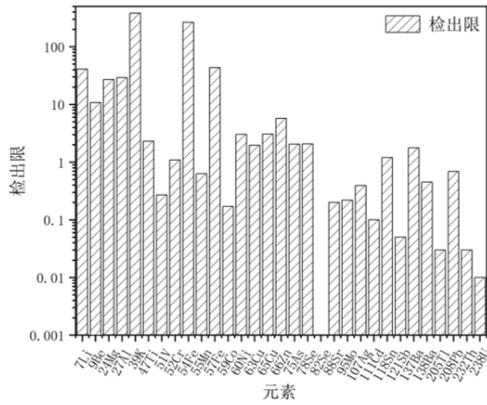


图2 KED 模式下各元素方法检出限

从图2可以看出，各元素方法检出限满足 GB/T5750 要求。

2) 重复性测试

在 KED 模式下，连续测定 6 个平行样并计算其相对标准偏差 RSD，测试结果如图 3 所示。

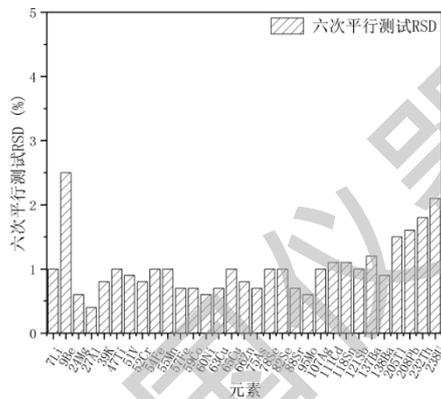


图3 KED 模式下各元素的重复性

从图3可以看出，各元素六次平行分析 RSD%均小于 3%，满足 GB5750 要求 (<5%)。

3) 准确度测试

在 KED 模式下，对样品加标，加标浓度分别为各元素浓度的 1/2/4 倍，测试结果如图 4 所示。

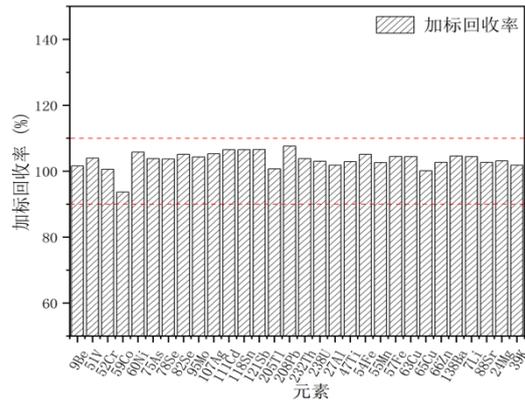


图4 各元素的加标回收率

从图4可以看出，各元素加标回收率范围保持在 90%~110%间，满足 GB5750 要求 (80%~120%)。

4) 稳定性测试

在 KED 模式下，对样品进行 2h 稳定性测试，测试结果如图 5 所示。

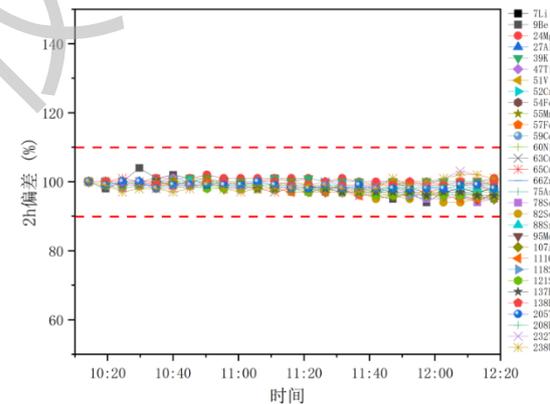


图5 2h 长期稳定性

从图5可以看出，2 小时稳定性保持在 90%-110%之间，说明测试稳定性良好。

3 结论

该试验验证了氩气流速降低至 11L/min 时，仪器灵敏度没有明显降低。通过对生活饮用水中 27 种元素进行分析，仪器检出限、重现性、长期稳定性、准确度

均满足 GB5750 的要求。相较常规 15~18 L/min 的氩气量，该方法使得 ICP-MS 的氩气消耗量降低为常规仪器的 70%左右，有效节约仪器运行费用。

参考文献：

- [1] 刘虎生,邵宏翔.电感耦合等离子体质谱技术与应用[M].北京:化学工业出版社, 2005.
- [2] 游小燕,郑建明,余正东.电感耦合等离子体质谱原理与应用[M].北京:化学工业出版社, 2014.
- [3] 李冰,杨红霞.电感耦合等离子体质谱原理与应用[M].北京:地质出版社, 2005.
- [4] 王小如.电感耦合等离子体质谱应用实例[M].北京:化学工业出版社, 2005.