

应用资料

ICP-MS

作者:

Jianmin Chen, Ph.D.
Wilson You

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT 06484 USA

翻译:
姚继军

PerkinElmer, Inc. 大中华区

动态反应池 ICP-MS 测定超纯水中的 痕量元素

引言

超纯水(Ultrapure Water, UPW)在痕量元素分析中通常被用来稀释样品,清洗仪器和实验器皿等。对于超纯水中痕量元素的准确分析则取决于仪器是否有足够低的检出限和较高的生产率。

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)多元素同时检测，分析速度快，而且在超痕量级（ng/L 或 ppt）有着杰出的检测性能，因而成为化学品质量控制中一种必不可少的手段。

然而，在常规等离子体条件下，氩气与样品基体之间会形成大量的多元素干扰，比如 $^{38}\text{Ar}^{1}\text{H}$ 对 ^{39}K 的干扰， ^{40}Ar 对 ^{40}Ca 的干扰， $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$ 对 ^{56}Fe 的干扰等。冷等离子体技术已经被证明对基于氩基体的干扰是有效的，相对于常规等离子体，它的作用更倾向于抑制基体，但是由于等离子体的能量较低很多常规等离子体中不会形成的多原子干扰有可能在冷等离子体中出现。碰撞池对于消除多原子干扰也显示出一定的能力，它采用了多级杆和低反应活性的气体，并使用动能歧视来消除不希望被检测到的离子。但是动能歧视的使用导致了分析离子灵敏度的损失，体现在轻质量元素上的灵敏度损失则更加显著，而灵敏度对于 ng/L 含量级别的分析又至关重要。

动态反应池采用一个四级杆平台，四级杆上射频和直流电压的应用使得动态反应池有了质量过滤的能力，这个优点使得特定范围荷质比的离子可以通过反应池，而其他的离子被排除掉，这个过程也被称为动态通带调谐（DBT）。正是这种特殊的能力，使得我们即使是在使用氦气、氧气等这样反应活性特别强的的气体时，不会形成我们不希望看到的副反应产物。

本应用报告演示了在常规等离子体条件下，在一次分析中，使用动态反应池消除离子干扰，测定出超纯水中所有分析项目。

实验条件

在超纯水中加入少量的 HNO_3 (大约 1%)，这样可以使样品中的元素更加稳定，并且可以减少样品管对元素的吸附。标准溶液由 10mg/L 多元素标准溶液（PE Pure, CT, USA）配制。

本次实验使用的 ICP-MS 仪器为 ELAN DRC II (PerkinElmer-SCIEX, Concord, Ontario, Canada).仪器参数及进样系统组成见表 1.

表 1. Elan DRC II ICP-MS 仪器参数

雾室	Quartz	雾化器	PFA-100
炬管	Quartz	等离子体气	16 L/min
中心管	Pt	辅助气	1.5 L/min
采样锥	Pt	射频功率	1600 W
截取锥	Pt	积分时间	1 sec/mass

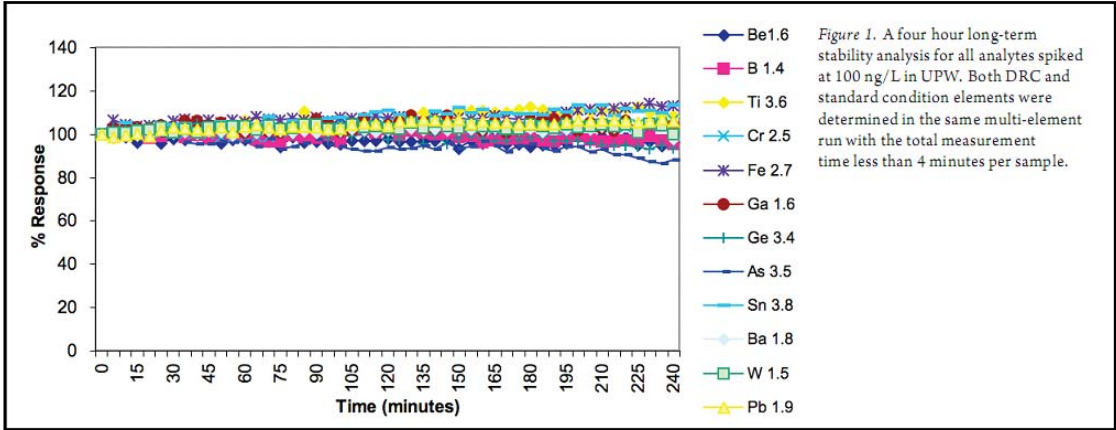


图 1. 超纯水中 100ng/L 加标溶液四小时长期稳定性，每 4 分钟分析一次

表 2. 超纯水测定的检出限 (DLs)、背景等效浓度 (BECs)、
100ng/L 加标回收率以及 100ng/L 四小时稳定性

元素	m/z	分析模式	BEC ng/L	DL ng/L	加标回收率%	稳定性 %
Li	7	S	0.7	0.1	93	1.1
Be	9	S	4.4	1.3	98	1.6
B	11	S	8.5	2.2	114	1.4
Na	23	S	N.D.	0.06	95	1.4
Mg	24	S	0.3	0.2	95	1.7
Al	27	DRC	0.3	0.1	103	2.7
K	39	DRC	2.9	0.2	105	2.1
Ca	40	DRC	0.5	0.2	99	2.6
Ti	48	DRC	0.7	0.7	108	3.6
V	51	DRC	0.9	0.3	97	3.6
Cr	52	DRC	0.9	0.2	102	2.5
Mn	55	DRC	0.4	0.6	101	2.9
Fe	56	DRC	1.4	0.3	102	2.7
Co	59	DRC	0.10	0.04	103	2.2
Ni	60	DRC	0.7	0.1	102	3.7
Cu	65	DRC	0.7	0.1	103	2.1
Zn	66	DRC	1.4	0.5	91	2.0
Ga	69	S	N.D.	0.8	96	1.6
Ge	74	S	N.D.	0.6	99	3.4
As	75	S	2.0	1.6	97	3.5
Sr	88	S	0.06	0.01	99	1.8
Mo	95	S	N.D.	0.15	97	1.8
Ag	109	S	0.15	0.11	99	1.6
Cd	114	S	0.22	0.03	95	1.1
In	115	S	N.D.	0.10	98	1.7
Sn	118	S	0.28	0.02	98	3.8
Sb	121	S	0.18	0.06	95	2.8
Ba	138	S	0.08	0.07	94	1.8
W	184	S	0.15	0.07	95	2.5
Au	197	S	0.15	0.15	99	1.8
Tl	205	S	0.06	0.04	96	1.4
Pb	208	DRC	N.D.	0.04	102	1.9
Bi	209	S	N.D.	0.02	97	1.9

N.D.=未检出; S=标准模式; DRC=动态反应池模式

测定结果

使用标准加入法对样品进行定量分析, 样品结果见表 2; 通过计算确定超纯水中各元素的灵敏度, 并通过样品结果的三倍标准偏差计算方法的检出限 (DLs), 通过测定强度与纯水中元素灵敏度计算出背景的背景等效浓度 (BECs)。在样品中加入 10ng/L 的标准溶液测定加标回收率, 并使用 100ng/L 的溶液进行 4 小时结果稳定性的测试。图 1 所示 DRC II ICP-MS 长时间对半导体分析中痕量元素测定过程中表现出的良好的准确性和稳定性。

结论

在常规等离子体条件下, 通过计算机控制, 常规模式与动态反应模式自动切换消除离子干扰, 使得超纯水中所有痕量元素在一次样品分析中测定完成, 显示出 ELAN DRC II ICP-MS 在超纯水 (UPW) ng/L 含量级超痕量元素质量控制中成熟、便利的检测应用。

参考文献

1, Referenced SEMI Standards,
<http://www.semi.org/en/index.htm>

PerkinElmer, Inc.

大中华区总部
地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号
邮编: 201203
电话: (021) 3876 9510
传真: (021) 387 91316
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问 www.perkinelmer.com.cn/ContactUs

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利, 恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。