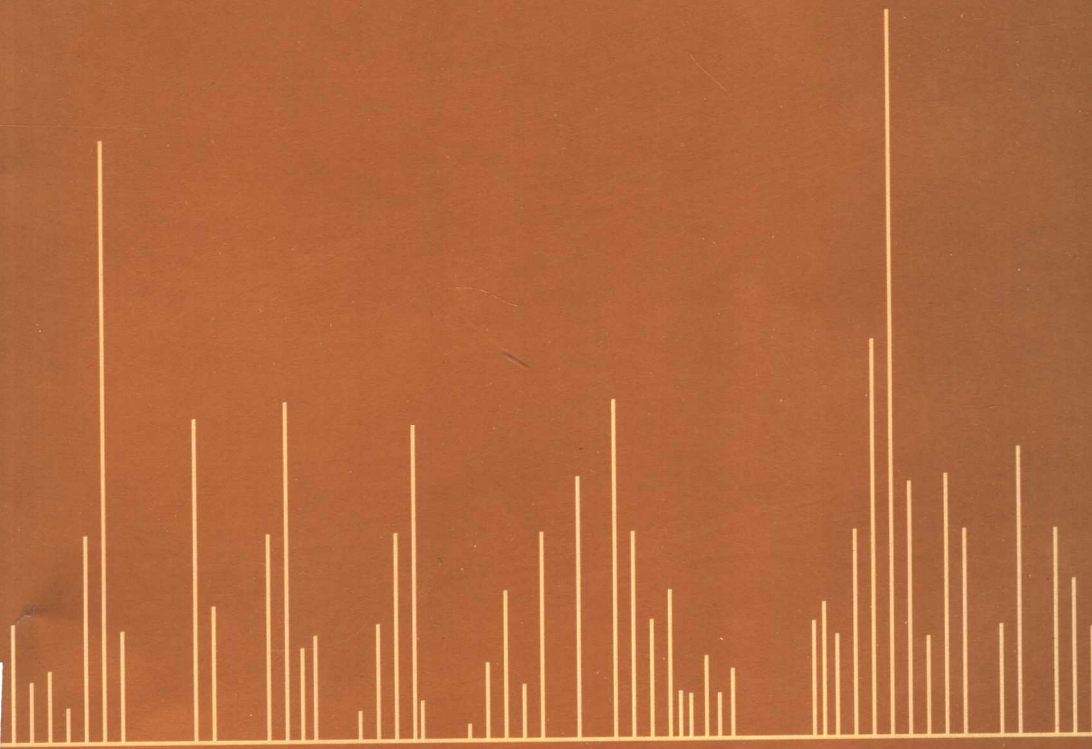




质谱技术丛书

电感耦合等离子体 质谱技术与应用

刘虎生 邵宏翔 编著



化学工业出版社
化学与应用化学出版中心

质 谱 技 术 丛 书

电感耦合等离子体质谱 技术与应用

刘虎生 邵宏翔 编著



化学工业出版社
化学与应用化学出版中心

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

电感耦合等离子体质谱技术与应用/刘虎生, 邵宏翔
编著. —北京: 化学工业出版社, 2005. 6
(质谱技术丛书)
ISBN 7-5025-7205-8

I. 电… II. ①刘…②邵… III. 分析(化学)·质谱
法 IV. 0657.63

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 060559 号

质谱技术丛书

电感耦合等离子体质谱技术与应用

刘虎生 邵宏翔 编著

责任编辑: 任惠敏

文字编辑: 刘志茹

责任校对: 陈 静

封面设计: 尹琳琳

*

化学工业出版社 出版发行
化学与应用化学出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京永鑫印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 720mm×1000mm 1/16 印张 19 $\frac{3}{4}$ 字数 393 千字

2005 年 8 月第 1 版 2005 年 8 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-7205-8

定 价: 39.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

质谱技术丛书

王光辉 主编
苏焕华 赵墨田 副主编

- | | |
|----------------------|-----------------|
| 《无机质谱概论》 | 赵墨田 曹永明 陈刚 姜山 |
| 《同位素质谱技术与应用》 | 黄达峰 罗修泉 李喜斌 邓中国 |
| 《电感耦合等离子体质谱技术与应用》 | 刘虎生 邵宏翔 |
| 《有机质谱仪器》 | 王光辉 汪正范 苏焕华 |
| 《有机质谱解析》 | 王光辉 熊少祥 |
| 《色谱质谱联用技术》 | 盛龙生 苏焕华 郭丹滨 |
| 《有机质谱在生物医药中的应用》 | 杨松成等 |
| 《有机质谱在环境农业和法庭科学中的应用》 | 王维国 李重九 李玉兰 徐建中 |
| 《有机质谱在石油化学中的应用》 | 苏焕华 姜乃皇 任冬苓 孙孚庆 |

丛书序

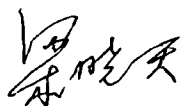
自1912年第一台质谱仪雏形诞生以来，质谱技术已经历了近百年的发展历程。在这期间，先后六次有10位从事质谱研究的学者荣获诺贝尔奖，这反映了质谱技术对科学发展的重要贡献且备受关注。

在质谱技术发展初期，它主要被用于同位素丰度的测定。到20世纪40年代，质谱研究转向有机物的定性和定量分析，并得到十分迅猛的发展。到20世纪80年代，由于出现了生物大分子的离子化方法，使质谱分析研究跨入生物大分子研究领域，成为蛋白质组学及代谢组学的主要研究手段。在20世纪后期，无机质谱也得到了长足的发展和更广泛的应用。目前质谱技术已在原子能、生物学、医药、化学、环境科学、食品科学、法医学、刑侦科学、化工、石油化学、地质学等十分宽广的领域中成为不可缺少的分析手段。随着质谱技术应用领域的不断扩大，对人才的需求也急剧上升，为此，仅美国化学会每年都要举办4~5期各类质谱技术学习班，各种质谱书刊大量涌现。

在20世纪后期，我国经济开始腾飞，这为我国科学技术的快速发展提供了良好的基础。伴随而来的就是对分析技术的迫切要求。在此大背景下，迎来了我国质谱分析的大发展。近些年来我国每年购置质谱仪的数量急剧上升，仅2004年一年已突破600台。与此同时，一支规模颇大的质谱技术队伍也逐步形成。提高质谱工作者的素质，以保证质谱仪器的使用水平和效率，成了当务之急。

目前国内虽已出版了数种质谱专著或翻译本，但还显得很稀缺，尤其是缺少较系统全面、深入浅出地介绍关于质谱技术的基础性知识和前沿发展动态的通俗易懂读物。出版这套丛书就是为满足这些需要的一种尝试。

质谱技术丛书共分九分册：赵墨田等的《无机质谱概论》，黄达峰等的《同位素质谱技术与应用》，刘虎生等的《电感耦合等离子体质谱技术与应用》，王光辉、汪正范等的《有机质谱仪器》，王光辉、熊少祥等的《有机质谱解析》，盛龙生、苏焕华等的《色谱质谱联用技术》，杨松成等的《有机质谱在生物医药中的应用》，王维国等的《有机质谱在环境农业和法庭科学中的应用》，苏焕华等的《有机质谱在石油化学中的应用》。这套丛书的编著者都是多年在质谱第一线上辛勤耕耘的质谱专家，有深厚的基础知识和丰富的实际经验，出版这套丛书将为这一领域中的初学者提供完整的参考资料。知悉这套丛书即将出版，我很高兴，特书此序。



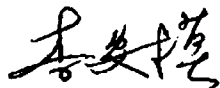
2005年7月

序

时光荏苒，自1995年春夏之交 R. S. Houk 教授到北京大学做 ICP-MS 专题报告至今已近10年，当时情景仍历历在目，记得我在致辞时曾讲到：“从今天报告厅座无虚席和与会者的热烈场面我们不妨可以预言：不会太久 ICP-MS 这一分析技术将会在中国得到更加迅速的发展”。时隔10载，ICP-MS 仪器在中国的拥有量已由当时10台左右发展到如今近200台，且其中包含了 ICP-QMS、ICP-TOF-MS、MC-ICP-MS、HR-ICP-MS 等多种仪器类型；从事 ICP-MS 研究与应用的人员已成数十倍的发展壮大；在国内主要刊物发表有关的文章已由1994年的十几篇增长到2003年的近200篇；其内容涉及从超痕量元素分析到高精度同位素比值测定，由 ICP-MS 的多种联用技术的形态分析到激光烧蚀微区原位分析。更有意义的是 ICP-MS 方法的成功带动了分析领域其他联用技术的发展。近些年来，ICP-MS 方法已在我国诸多领域取得了丰硕成果。而且，一些高校已将 ICP-MS 分析纳入教材。

《电感耦合等离子体质谱技术与应用》就是在上述背景下诞生的，书的编者都是在 ICP-MS 技术领域第一线有着丰富经验的科技工作者，书中第一章至第七章基础知识部分简明、详实，除经典的知识外还从实用入手介绍了一些较新的内容；第八章至第十五章为应用部分，各章的作者分别从化工、冶金、地质、生物、核技术、环境科学、考古等各自的专业角度介绍了 ICP-MS 在国内外典型及热点的应用。全书引用了国内外参考文献500多篇，在介绍国外研究成果的同时着重介绍了我国科技工作者的成果。这本书是我国从事 ICP-MS 科技工作者编著的第一本书，在某些方面难免存有瑕疵和不足，但它作为集体智慧与经验的体现，就其实用性而言已迈出了有意义的一步。

《电感耦合等离子体质谱技术与应用》是质谱技术丛书中的一册，希望它能在质谱知识的奇葩中绽放，使读者从中受益。



2004年10月

前 言

电感耦合等离子体质谱技术 (ICP-MS) 从 1980 年发表第一篇里程碑文章至今已有 24 年。自 1983 年第一台商品仪器问世以来, 这项技术已从最初在地质学科研究的应用迅速发展 to 广泛应用于环境、水、生物、医学、冶金、核工业、石油、半导体工业、农业、食品、化学计量学等领域, 成为公认的最强有力的一种新型元素和同位素分析技术。该技术提供了极低的检出限 ($10^{-15} \sim 10^{-12}$ 量级)、极宽的动态线性范围 (8~9 个数量级)、谱线简单、干扰少、分析精密度高、分析速度快以及可提供同位素信息等分析特性, 被称为当代分析技术最激动人心的发展。

我国的 ICP-MS 研究工作进展也很快, 从 20 世纪 80 年代中期仅有的两三台四极杆 ICP-MS 仪器和有限的应用范围, 发展为目前已有近 200 台各种型号的 ICP-MS 仪器, 应用研究工作已深入到各领域, 从事 ICP-MS 工作的科技队伍越来越大, 许多实验室都缺乏进行 ICP-MS 分析的经验。在这种形势下, 集中国内长期从事 ICP-MS 研究工作的专家, 编写一本基本理论知识和应用并重的专著, 显然是有积极意义的, 不仅对新从事 ICP-MS 技术的人员, 而且对已具备一些经验并希望进一步扩大这方面知识的分析测试人员都将是有益的, 同时也为那些希望了解 ICP-MS 技术的潜力以解决他们自己工作中特定问题的学者提供重要的参考资料。

本书各章的作者如下:

第一章 刘虎生 (北京大学)

第二章 刘虎生 (北京大学)、吴天彪 (北京地质仪器研究所)

第三章 刘虎生 (北京大学)、陆文伟 (上海交通大学)

第四章 邵宏翔 (北京大学)

第五章 邵宏翔 (北京大学)

第六章 陆文伟 (上海交通大学)

第七章 刘虎生、邵宏翔 (北京大学)

第八章 田伟、邵宏翔 (北京大学)

第九章 刘威德 (中国环境监测研究院)、刘虎生 (北京大学)

第十章 刘虎生 (北京大学)

- 第十一章 郭冬发 (核工业北京地质研究院)
李金英、姚继军 (中国原子能科学研究院)
曹淑琴 (核工业北京化工冶金研究院)
- 第十二章 吴小红、崔剑锋 杨颖亮 (北京大学)
- 第十三章 孟蓉、郑春丽 (北京化学试剂研究所)
- 第十四章 胡净宇、王海舟 (北京钢铁研究总院)
- 第十五章 谢烈文 (中国科学院地质与地球物理研究所)

本书的出版得到了中国质谱学会赵墨田先生的大力支持, 化学工业出版社的编辑付出了大量辛勤的劳动, 保证了本书的按计划出版, 北京大学李安模副校长为本书写了序, 作者仅向他们表示最诚挚的谢意。

本书各章均由刘虎生、邵宏翔修改和审阅, 由于本书系一集体创作, 作者较多且从事多个研究领域, 加上编者水平有限, 错误和不妥之处在所难免, 敬请广大读者不吝批评指正。

刘虎生 邵宏翔
2005年7月

内 容 提 要

本书不仅介绍了 ICP-MS 的离子源、样品引入系统、质量分析器、干扰及其克服、特殊技术装置及分析方法的建立等基本理论知识，而且着重介绍了 ICP-MS 在地质、环境、生物与医学、核工业、考古学、超净高纯试剂分析、冶金及贵金属分析等领域中的应用。全书共分 15 章，内容先进，实用性强。

本书可作为从事质谱分析和物质结构研究人员的参考书；同时也可作为对 ICP-MS 技术感兴趣的潜在工作者的重要的参考资料。

目 录

第一章 绪论	1
第一节 ICP-MS 技术的发展概况	1
第二节 ICP-MS 分析方法的特点	3
第三节 ICP-MS 仪器的基本结构	4
第四节 ICP 质谱仪的品质因素对比	4
参考文献	6
第二章 ICP 离子源	7
第一节 作为离子源的 ICP	7
第二节 射频发生器	12
第三节 ICP 放电的一般性质	28
参考文献	35
第三章 样品引入系统	36
第一节 液体样品引入	36
第二节 气体样品引入	56
第三节 固体样品引入	63
参考文献	73
第四章 质谱仪	75
第一节 离子的提取——接口	75
第二节 离子聚焦透镜系统	77
第三节 质量分析器	80
第四节 ICP-MS 仪器的真空系统	102
第五节 离子检测与数据处理	105
参考文献	111
第五章 ICP-MS 干扰及其克服	113
第一节 质谱干扰	113
第二节 非质谱干扰	120

参考文献	122
第六章 ICP-MS 的特殊技术装置	124
第一节 冷等离子体和等离子体屏蔽技术	124
第二节 碰撞反应池技术	128
参考文献	141
第七章 ICP 质谱法分析基础	143
第一节 样品制备方法	143
第二节 校准和数据处理	162
第三节 定性、半定量与定量分析	164
第四节 高精度同位素比值测量的质量偏倚校正	170
参考文献	174
第八章 ICP-MS 在地质科学中的应用	176
第一节 地学样品的微量、痕量元素分析	177
第二节 MC-ICP-MS 高精度同位素分析	180
第三节 LA-ICP-MS 微区原位研究	186
参考文献	189
第九章 ICP-MS 在环境分析中的应用	191
第一节 环境分析的特点和 ICP-MS 的技术优势	191
第二节 环境水样品中痕量元素的测定	192
第三节 环境样品中铂族元素的测定	195
第四节 环境样品的形态分析	198
第五节 用同位素丰度比指纹技术研究铅污染	202
参考文献	206
第十章 ICP-MS 在生物与医学中的应用	208
第一节 生物样品中痕量元素测定的要求和困难	209
第二节 生物测定样品的制备	210
第三节 质谱的干扰与校正	212
第四节 应用举例	213
参考文献	226
第十一章 ICP-MS 在核工业中的应用	228
第一节 核工业样品分析的特点	228
第二节 铀矿地质样品分析	228
第三节 二氧化铀和八氧化三铀粉末中的杂质元素分析	232

第四节	环境样品中超铀元素分析	234
第五节	化合物中铀、锂同位素丰度分析	236
	参考文献	238
第十二章	ICP-MS 在考古学中的应用	240
第一节	考古学的研究特点和 ICP-MS 的技术优势	240
第二节	考古样品的制备方法	242
第三节	ICP-MS 在考古学中的应用实例	246
	参考文献	251
第十三章	ICP-MS 在超净高纯试剂分析中的应用	253
第一节	酸类	254
第二节	溶剂类	261
第三节	其他类	262
第四节	ICP-MS 分析超净高纯试剂中要注意的问题	263
	参考文献	264
第十四章	ICP-MS 在冶金工业中的应用	266
第一节	样品的分解	266
第二节	样品的分离方法	267
第三节	进样方法	269
第四节	干扰及校正方法	271
第五节	样品的分析	276
	参考文献	278
第十五章	ICP-MS 在贵金属分析中的应用	280
第一节	引言	280
第二节	样品分解、分离和富集	282
第三节	干扰校正	284
第四节	样品分析	287
	参考文献	289
附录	292
附录一	天然同位素及其相对丰度	292
附录二	核素的质量及其相对丰度 (以 ¹² C=12 为基准)	295
附录三	ICP-MS 常见的多原子分子干扰	298
符号表	302

第一章 绪 论

第一节 ICP-MS 技术的发展概况

电感耦合等离子体质谱技术 (ICP-MS) 从 1980 年发表第一篇里程碑文章^[1] 至今已有 24 年。自从 1983 年第一台商品化仪器采用以来, ICP-MS 技术发展相当迅速, 不仅从最初在地质领域的应用迅速发展到广泛应用于环境、高纯材料、核工业、生物、医药、冶金、石油、农业、食品、化学计量学等领域, 成为公认的最强有力的元素分析技术。目前“ICP-MS”的概念, 已经不仅仅是最早起步的普通四极杆质谱仪 (ICP-QMS) 了, 它包括后来相继推出的其他类型的等离子体质谱技术, 比如多接收器的高分辨扇形磁场等离子体质谱仪 (MC-ICP-MS)、等离子体飞行时间质谱仪 (ICP-TOFMS) 以及等离子体离子阱质谱仪 (Ion Trap-ICP-MS) 等。四极杆 ICP-MS 仪器也不断升级换代, 如动态碰撞反应池 (DRC) 等技术的引入, 分析性能得到显著改善。采用各种联用技术, 如气相色谱和高效液相色谱以及毛细管电泳等分离技术与 ICP-MS 的联用, 激光烧蚀与 ICP-MS 等联用技术发展迅速。目前, 国内外各领域的实验室拥有数千台不同类型的 ICP-MS 仪器, Barnes^[2] 曾预言“21 世纪将是 ICP-MS 仪器激增的时代”。ICP-MS 新技术除了大量应用于元素分析外, 在同位素比值分析、形态分析等方面的研究和应用也非常活跃, 每年都有大量文章发表。

我国的 ICP-MS 研究工作进展也很快, 从 20 世纪 80 年代中期仅有的两三台四极杆 ICP-MS 仪器和有限的应用范围, 发展为目前多领域的 150 多台各种型号的 ICP 质谱仪, 在地质、环境、冶金、核工业、生物医药、半导体工业、考古等学科发挥了重要作用, 在应用研究方面也取得了一批重要成果。目前已在国内外期刊上发表了许多评述性文章和大量应用研究论文, 比如 1998 年以来就有近百篇论文公开发表。

分析化学的前沿领域主要有 5 个方面^[3]:

- ① 时间、空间分辨和原子、分子分辨的动态、原位、实时跟踪监测技术;
- ② 纳米材料及成像技术在分析检测中的应用;
- ③ 超痕量、高灵敏度、高选择性的分离分析与联用技术;
- ④ 化学分析仪器的小型化、微型化及智能化;

⑤ 痕量污染物的形态、结构与生物活性分析及生物毒理检测技术。

ICP-MS 技术作为分析化学中的一个重要组成部分, 其发展前沿与分析化学的前沿领域是吻合的。从近年发表的与 ICP-MS 相关联的文献中可以看出, ICP-MS 的发展有如下特点。

(1) 仪器性能的改进 高分辨等离子体质谱仪、多接收高分辨等离子体质谱仪和飞行时间质谱仪的使用增多, 接口技术进一步改进, 计算机信息处理技术不断升级。

(2) 分析对象的扩展 有机生物、药物、环境毒物和农作物等检测问题受到空前关注, 金属硫因异构体、金属纳米粒子胶体和生物抗体、磷化蛋白、肉类、人尿、中毒人体器官、血清中 DNA 片段、有机汞(铅、锡)化合物、农作物等成为近几年发表文献的主要研究对象。

(3) 以联用技术为研究对象的研究工作成为主要技术手段 重点发展的联用技术主要有毛细管电泳、液相色谱(含高效液相色谱和毛细管液相色谱)、气相色谱(含固相微萃取毛细管气相色谱)、离子色谱(含离子排代色谱)、流动注射等。

(4) 进样技术研究 ICP-MS 进样技术仍是研究重点发展中的进样技术(不含分离进样), 包括直接注入进样、冷蒸发进样、激光烧融进样和单粒子分散液滴进样等。

(5) 分析测试技术和方法学研究 元素形态分析、同位素稀释和比值测定技术也已成为 ICP-MS 测量技术发展的研究重点之一。

(6) 目前世界主要被利用的商品化 ICP 质谱仪型号 列入表 1-1 中。

表 1-1 目前世界主要被利用的商品化 ICP 质谱仪及生产厂商

生产厂商	型号	类型
Perkin Elmer/Sciex	Elan9000	Quadrupole
Perkin Elmer/Sciex	Elan DRC II	Reaction cell, Quadrupole
Agilent Technologies	Agilent 7500 Series	Collision cell, Quadrupole
Spectro Analytical Inst.	Spectro Mass 2000	Quadrupole
Seiko Inst.	SPQ9000	Quadrupole
Shimadzu	ICPM-8500	Quadrupole
Varian Corp.	Ultra Mass 700	Quadrupole
Varian Corp.	ICP-MS Single Phase	Quadrupole
Thermo Elemental	PQ Excell	Collision cell, Quadrupole
Thermo Elemental	VG X7 Series CCT ^{ED}	Collision cell, Quadrupole
Thermo Elemental	VG Axion SC	Magnetic
Thermo Elemental	VG Axion MC	Multicollector
Thermo Finnigan	Element 2	Magnetic
Thermo Finnigan	Nuptune	Multiple collector
Micromass Inc.	Platform ICP	Collision cell, Quadrupole
Micromass Inc.	Plasma Trace 2	Magnetic
Micromass Inc.	Iso-Plasma Trace	Multicollector
Nu Instruments	Nu 1700	Multicollector
JEOL	JMS-Plasmax 2	Magnetic
LECO Corp.	Renaissance	Time-of-flight
GBC Scientific Equip.	Optimass 8000	Time-of-flight
Hitachi	P-5000	Ion trap

第二节 ICP-MS 分析方法的特点

与其他无机质谱相比, ICP-MS 的优越性在于:

- ① 在大气压下进样, 便于与其他进样技术联用;
- ② 图谱简单, 检出限低, 分析速度快, 动态范围宽;
- ③ 可进行同位素分析, 单元素和多元素分析, 以及有机物中金属元素的形态分析;
- ④ 离子初始能量低, 可使用简单的质量分析器 (如四极杆和飞行时间质谱计);
- ⑤ ICP 离子源产生超高温度, 理论上能使所有的金属元素和一些非金属元素电离。

ICP-MS 的主要缺点是:

- ① ICP 高温引起化学反应的多样化, 经常使分子离子的强度过高, 干扰测量;
- ② 对固体样品的痕量分析, ICP-MS 一般要对样品进行预处理, 容易引入污染。

ICP-MS 仪器的发展经历了三个阶段:

- ① 四极杆质谱仪 (ICP-QMS);
- ② 高分辨双聚焦质谱仪 (HR-ICP-MS);
- ③ 多接收高分辨双聚焦质谱仪 (MC-ICP-MS)。

在低分辨模式下, HR-ICP-MS 的元素灵敏度和检出限要优于四极杆质谱, 其检出限可以达到 pg/mL 的范围; 同时它的高分辨率可以消除分子离子和同量异位素的干扰; MC-ICP-MS 在同位素测量精密度上也已经达到热电离质谱 (TIMS) 水平, 这是四极杆质谱所无法比拟的。然而, 四极杆质谱更具有价格上的优势。Quétel 等^[4]通过铀同位素丰度的测量对三种不同类型的 ICP-MS (ICP-QMS, HR-ICP-MS, MC-ICP-MS) 进行了性能比较。

由于 ICP-MS 对痕量和超痕量元素良好的检测能力以及质谱图谱的简单易识, 使得它逐渐成为分析实验室对水溶液中痕量和超痕量元素的常规分析方法。虽然同位素稀释热电离质谱法 (ID-TIMS) 在同位素地质、同位素地球化学研究和核工业中广泛应用, 也是测量方法比对和技术仲裁的最好选择, 但该法对样品制备技术要求比较苛刻, 分析周期长, 操作复杂, 目前很多人倾向采用 ID-ICP-MS, 特别是采用 ID-HR-MC-ICP-MS 替代 ID-TIMS。随着人们对环境保护和生命科学的关注, 无机分析的对象已转向生物、医药、环境、食品等学科的痕量和超痕量元素分析, 特别是元素形态分析。ICP-MS 作为无机痕量分析的一种重要手段, 将会发挥更大的作用。

第三节 ICP-MS 仪器的基本结构

ICP-MS 仪器的基本结构如图 1-1 所示, ICP-MS 仪器主要有以下几个组成部分:

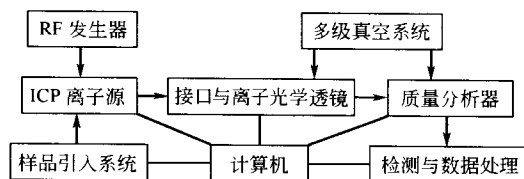


图 1-1 典型的 ICP-MS 仪器基本构成

(1) ICP 离子源 利用高温等离子体将分析样品的原子或分子离子化为带电离子的装置。

(2) RF 发生器 是 ICP 离子源的供电装置。用来产生足够强的高频电能, 并通过电感耦合方式把稳定的高频电能输送给等离子炬。

(3) 样品引入系统 可将不同形态(气、液、固)的样品直接或通过转化为气态或气溶胶状态引入等离子炬的装置。

(4) 接口与离子光学透镜 接口是常压、高温、腐蚀气氛的 ICP 离子源与低压(真空)、室温、洁净环境的质量分析器之间的结合部件, 用以从 ICP 离子源中提取样品离子流; 离子光学透镜是将接口提取的离子流聚焦成散角尽量小的离子束, 以满足质量分析器的工作要求。

(5) 质量分析器 带电粒子通过质量分析器后, 按不同质荷比(m/z)分开, 并把相同 m/z 的离子聚焦在一起, 按 m/z 大小顺序组成质谱。

(6) 多级真空系统 由接口外的大气压到高真空状态质量分析器压力降低至少达 8 个数量级, 这是通过压差抽气技术由机械真空泵、涡轮分子泵来实现的。

(7) 检测与数据处理系统 检测器将质量分析器分开的不同 m/z 离子流接收, 转换成电信号经放大、处理给出分析结果。

(8) 计算机系统 对上述各部分的操作参数、工作状态进行实时诊断、自动控制及采集的数据进行科学运算。

上述 (1)、(5) 和 (7) 项是 ICP-MS 仪器的核心部分, 其他各项是仪器的辅助部分, 但也是重要的组成部分。

第四节 ICP 质谱仪的品质因素对比

虽然 ICP-MS 一般认为是检测超痕量金属元素的最强有力技术, 但由于仪器昂贵、需要高级技术人员操作仪器等, 推迟了 ICP-MS 作为广泛可接受的例行分析方法。近年来, 几家制造商已推销小型化、全自动的 ICP 质谱仪, 展示优越的

检出限和灵敏度，操作简易可靠，性能价格比合理。几种新的智能化 ICP 质谱仪的品质因素如表 1-2 所示，这些品质因素仅用作一种相对衡量的标准。

表 1-2 几种 ICP-MS 仪器的品质因素比较^[5]

品质因素	仪器型号			
	Hewlett Packard HP-4500	Perkin-Elmer/Sciex Elan 6000	VG Elemental PQ3	Finnigan MAT Element
灵敏度/(MHz/ $\mu\text{g/mL}$)	${}^7\text{Li} \geq 8, {}^{89}\text{Y} \geq 12, {}^{209}\text{Tl} \geq 12$	${}^{24}\text{Mg} > 5, {}^{115}\text{In} > 40, {}^{238}\text{U} > 30$	30~60	1~50
检出限/(pg/mL)	${}^9\text{Be} \leq 2, {}^{209}\text{Bi} \leq 2$	${}^7\text{Li} < 10, {}^{238}\text{U} < 0.5$	<1	${}^{115}\text{In} < 0.1$
随机背景/Hz	≤ 5	<10	<10	<0.2
线性动态范围(数量级)	8	8	8	9
分辨率/u	0.65~0.80	0.3~3	0.7	300,3000,7500
丰度灵敏度	< 1×10^{-6} 低质量 侧面 < 5×10^{-7} 高质量 侧面	< 1.0×10^{-6} 低质量 侧面 < 1.0×10^{-7} 高质量 侧面	< 1×10^{-7} 低质量 侧面 < 1×10^{-7} 高质量 侧面	< 5.0×10^{-6}
质量范围/u	2~260	1~270	1~300	5~260
短期 RSD	$\leq 3\%$	1~3%	<1.5%	<2.5%
长期 RSD	$\leq 4\%$	<4%	<3%	<5%
同位素比 RSD(10min)	${}^{107}\text{Ag}/{}^{109}\text{Ag} \leq 0.2\%$	${}^{107}\text{Ag}/{}^{109}\text{Ag} \leq 0.2\%$	${}^{107}\text{Ag}/{}^{109}\text{Ag} \leq 0.1\%$	${}^{107}\text{Ag}/{}^{109}\text{Ag} \leq 0.05\%$
氧化物离子	$\text{CeO}^+/\text{Ce}^+ \leq 1.5\%$	$\text{CeO}^+/\text{Ce}^+ < 3\%$	$\text{CeO}^+/\text{Ce}^+ < 1.5\%$	$\text{CeO}^+/\text{Ce}^+ < 1\%$
双电荷离子	$\text{Ce}^{2+}/\text{Ce}^+ \leq 2\%$	$\text{Ba}^{2+}/\text{Ba}^+ < 3\%$	$\text{Ba}^{2+}/\text{Ba}^+ < 3\%$	$\text{Ce}^{2+}/\text{Ce}^+ < 1\%$
采样锥孔径/mm	1.0	1.1	1.0	1.1
截取锥孔径/mm	0.4	0.9	0.75	0.8
锥孔离子	$\text{Pt} \leq 2 \times 10^{-12}$ $\text{Ni} \leq 5 \times 10^{-12}$	$\text{Pt} \leq 5 \times 10^{-12}$ $\text{Ni} \leq 5 \times 10^{-12}$	$\text{Pt} < 10^{-10}$ $\text{Ni} < 10^{-10}$	$\text{Pt} < 10^{-12}$ $\text{Ni} < 5 \times 10^{-10}$
四极杆驱动频率/MHz	3	2.5	2.66	未采用
真空压力	一级: $\leq 490\text{Pa}$ 二级:— 三级: $\leq 1.2 \times 10^{-3}\text{Pa}$	一级: $< 400\text{Pa}$ 二级: $< 0.13\text{Pa}$ 三级: $< 1.3 \times 10^{-3}\text{Pa}$	一级: $< 180\text{Pa}$ 二级: $< 1 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 三级: $< 3 \times 10^{-4}\text{Pa}$	一级: $< 400\text{Pa}$ 二级: $< 0.1\text{Pa}$ 三级: $< 4.9 \times 10^{-5}\text{Pa}$

注: 1Torr=133.322Pa。

20 世纪 80 年代以来，已出版了几本 ICP-MS 参考书，十分有用，它们总结了 ICP-MS 技术的特点和应用，当考虑特殊主题时，可查阅这些参考书的附加目录。表 1-3 按出版年代列出这些参考书。