

样品在剥蚀池中不同摆放位置对 LA-ICPMS 测定灵敏度和精密度的影响

胡明月, 贾泽荣, 何红蓼, 孙德忠, 赵怀颖

(国家地质实验测试中心, 北京 100037)

The Influence of the Different Sample Positions in the Ablation Cell on the Sensitivity and Precision of LA-ICPMS

HU Ming-yue, JIA Ze-rong, HE Hong-liao, SUN De-zhong, ZHAO Huai-ying

(National Research Center for Geoanalysis, Beijing 100037, China)

Abstract: As a key part of the method, the process of ablation was concerned in LA-ICPMS technique. When the sample was at the different positions, the effects of the purge gas was difference. It shows that when the sample is in the different locations, the absolute sensitivities of the results change a lot. The relative sensitivities are almost same, and the precision is a little impacted.

Key words: sensitivity; precision; LA-ICPMS

中图分类号: O 657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997 (2008) 增刊-56-02

激光熔蚀电感耦合等离子体质谱 (LA-ICP-MS) 是 20 世纪 90 年代迅速发展起来的能对固体样品进行原位、微区、痕量分析和元素微区分布特征 (面分布和深度分布) 研究的高灵敏度 ($\text{ng}\cdot\text{g}^{-1}$) 的显微分析技术。其中的激光溶蚀系统作为进样装置, 对整个 LA-ICPMS 测定的灵敏度和稳定性都有重要的影响, 激光剥蚀池剥蚀效果研究和剥蚀池改造是现今技术发展的热点。研究发现, 由于吹扫气流对样品池不同位置上的吹扫效果不同, 样品在激光剥蚀池中的不同位置摆放会得到不同的灵敏度和精密度。

1 试验部分

1.1 主要仪器与试剂

Finnigan Element 2 质谱仪, New wave 的 up213 激光器。

样品为美国国家标准局的 SRM NIST 610 系列标准样品, 直接进行对其表面激光溶蚀。

1.2 试验方法

激光标准样品池平面图示于图 1, 其中大长方形区域为可用的剥蚀区域, 实验将其分为如图所示的 9 块, 将 NIST 612 分别放在相应位置, 所得的计数率减去气体空白除以该同位素的对应丰度值, 得到相当于该元素 100% 丰度对应的强度值, 计为该元素的灵敏度, 示于图 2。将此强度值除以 Ca^{44} 的强度值, 得到对应于 Ca^{44} 的相对强度, 示于图 3。每个位置分别测定 NIST612 5 次, 计算 5 次的标准偏差, 得到每个位置测定的精密度, 示于图 4。

2 结果与讨论

对于大多数元素而言, 在位置 1 即最中心的位置获得最大强度值, 4、5、6、7 点获得的强度值相似, 8、9 两点略低, 而 2、3 两点获得的强度值明显偏低, 然而 9 个点的相对强度值没有显著差

别。计算得出的相对标准偏差除第8点明显偏高，其余各点结果没有显著差别。

以外标法结合内标进行多元素定量分析时，若以 C_{un}^a 表示未知样品中a元素浓度， I_{un}^a 表示未知样品中a元素强度， I_{un}^{in} 表示未知样品中内标元素强度， I_s^a 表示标准样品中a元素强度， I_s^{in} 表示标准样品中内标元素强度，可以得到如下关系：

$$C_{un}^a = K \times \frac{I_{un}^a}{I_{un}^{in}} \times \frac{I_s^{in}}{I_s^a}$$

可以看出，待测元素的定量结果取决于待测样品和标准样品中待测元素与内标元素的强度比值。因此虽然样品池中不同位置上所获得的绝对强度存在很大差异，却由于相对强度基本一致，定量结果的准确度不会因为待测样品与标准样品处于不同位置而受影响。另一方面，为了获得高灵敏度，应用此种类型剥蚀池进行实际测定应该尽量让待测样品及标准样品靠近中心区域。

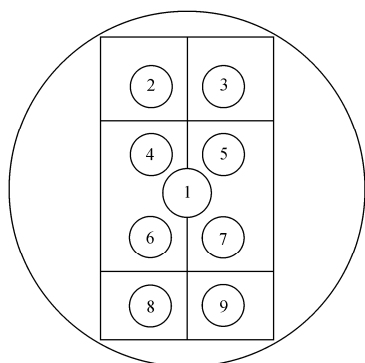


图1 剥蚀池平面图

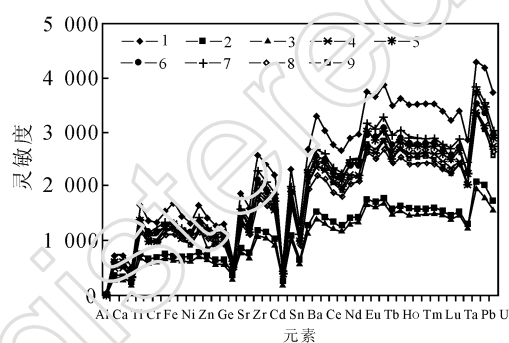


图2 不同位置的灵敏度值

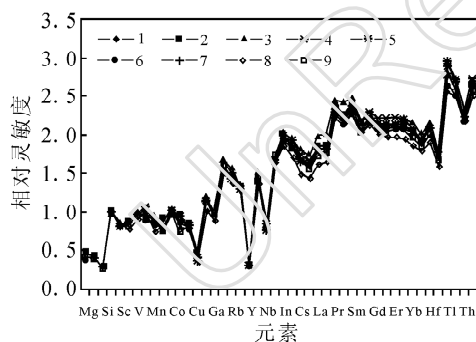


图3 不同位置的相对灵敏度值

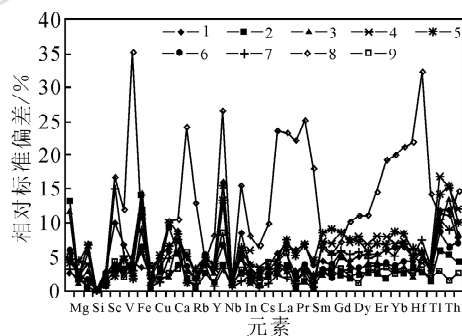


图4 不同位置的测试精密度

3 结论

由于剥蚀池气流的作用，样品在剥蚀池中的不同位置摆放时，会产生不同的剥蚀传输效果。由于不同类型的剥蚀池具有不同的吹扫效果，在进行测试方法研究之前，应先对其剥蚀效果进行实验。

参考文献：

- [1] PISONERO J, FLIEGEL D, GÜNTHER D. High efficiency aerosol dispersion cell for laser ablation-ICP-MS[J]. J Anal At Spectrom, 2006, 21: 922-931.
- [2] GARCIA C C, LINDNER H, NIEMAX K. Transport efficiency in femtosecond laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry applying ablation cells with short and long washout times[J]. Spectrochim Acta, 2007, 62(1): 13-19.