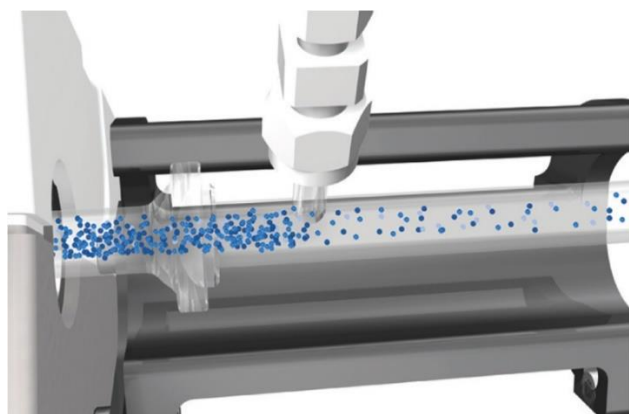




ICP-MS 7800 Agilent

Atomový hmotnostní spektrometr s indukčně buzeným plazmatem

Robustnost plazmatu a přínosy nízkého poměru CeO^+/Ce^+



Přínosy robustního plazmatu

- Vyšší odolnost vůči matrici
- Lepší dlouhodobá stabilita
- Menší zanášení systému matricí & snížené nároky na údržbu
- Zlepšení ionizačních schopností především pro hůře ionizovatelné prvky
- Nižší interference (důkladnější disociace polyatomických iontů)
- Menší pokles signálu

Robustnost plazmatu ICP-MS

Robustnost plazmatu nebo účinná teplota plazmatu jsou těmi nezákladnějšími a nejzásadnějšími charakteristikami výkonu ICP-MS spektrometru. Do značné míry ovlivňují vývoj metod, běžná měření, výkon systému a stejně tak kvalitu výsledků.

Robustnost plazmatu ICP-MS je v praxi určována s využitím poměru silně vázaného oxidického iontu molekuly CeO^+ k iontu Ce^+ . Čím je dosažená poměru hodnota nižší, tím je plazma robustnější. Robustní plazma tedy účinněji disociuje silně vázanou molekulu CeO^+ a tedy i důkladněji rozkládá matrici vzorku.

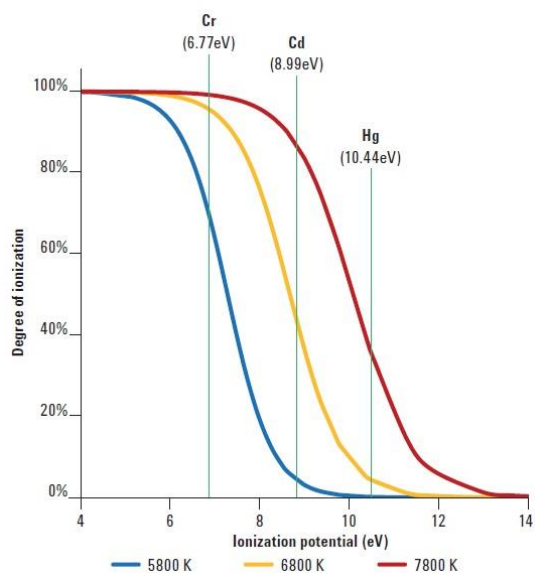


Díky tomu je možné analyzovat vzorky s vyšším obsahem celkových rozpuštěných látek v matrici (vyšším TDS). U běžných komerčně dostupných ICP-MS systémů je typicky dosahováno poměrů CeO/Ce <1% ~ 3%. Tento poměr je ovlivňován více faktory jako např.:

- Konstrukcí ICP RF generátoru a jeho pracovní frekvencí (polovodičové solid state RF generátory s pracovní frekvencí 27,12 MHz jsou optimální k dosažení nízkého poměru CeO/Ce)
- Vnitřním průměrem (ID) injektoru hořáku (vyšší průměr obvykle přinese vyšší robustnost plazmatu)
- Pracovními podmínkami jako je rychlost nasávání vzorku, průtok nosného plynu a poloha hořáku vůči kónusům (sampling depth).

ICP-MS 7800 typicky pracuje při poměrech CeO/Ce <1% a to je nejnižší poměr dosahovaný na komerčně dostupných ICP-MS systémech. Díky tomu je možné rutinně měřit i vzorky s obsahem TDS na úrovni 2000 ppm i výše.

ICP-MS 7800 již ve svém základním provedení disponuje unikátní technologií High Matrix Introduction (HMI), která ještě více přispívá ke zvýšení robustnosti plazmatu. Díky HMI je dosaženo snížení poměru CeO/Ce až na hladinu 0,2% a až 5-ti násobného zvýšení odolnosti vůči zasolené matrici v porovnání s provozem bez technologie HMI.



Obrázek 1. ukazuje % ionizace (které také ovlivňuje citlivost) všech prvků při různé teplotě plazmy. Vertikální čáry ukazují, jak ionizační teplota ovlivňuje % ionizace u vybraných prvků (Cr, Cd, Hg). Tak např. kadmium (Cd) je ionizováno z více než 80% pokud je plazma nejvíce robustní (teplota plazmy 7800 K) a při teplotě plazmy 5800 K je Cd ionizováno pouze z 5%.

Obrázek 1. Stupeň ionizace při různých teplotách plazmatu

HMI, robustnost plazmy a potlačení vlivu matrice

HMI používá inteligentní auto-optimalizaci ředění aerosolu vzorku a tím dále zvyšuje odolnost systému vůči matrici. Dovoluje tak modelu 7800 běžně měřit vzorky s TDS v řádu procent. Snížením hustoty aerosolu (tedy zmlženého vzorku) a snížením zatížení plazmatu vodními parami (přítomnými ve zmlženém vzorku), zvyšuje HMI už tak nepřekonatelnou robustnost plazmatu.



Praktickým přínosem takto zvýšené odolnosti vůči matici je faktické odstranění „matriční suprese“. K „matriční/ionizační supresi“ u ICP-MS dochází v momentě, kdy je plazma přesycené maticí vzorku a nezbývá v něm dostatečné množství volné energie pro ionizaci analytů. Pokles citlivost signálu díky supresi je vyšší u hůře ionizovatelných prvků (s vyšším ionizačním potenciálem – viz. Tabulka 1.)

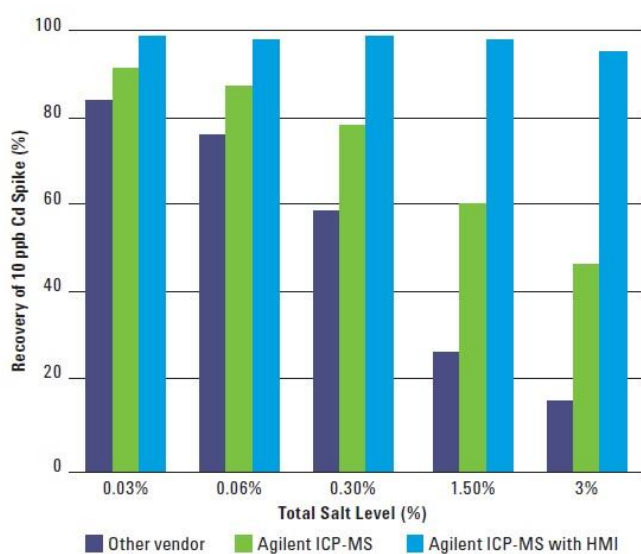
IP range (eV)	Element
<6	Li, Na, Al, K, Ga, Rb, Sr, In, Cs, Ba, some REE
6 to 8	Mg, most transition elements, Ge, Y, Zr, Nb, Mo, Ru, Rh, Ag, Sn, some REE, Hf, Ta, W, Re, Ti, Pb, Bi, Th, U
8 to 11	Be, B, Si, P, S, Zn, As, Se, Pd, Cd, Sb, Te, I, Os, Ir, Pt, Au, Hg
>11	C, N, O, F, Cl, Br

Tabulka 1. – prvky sloučené do skupin podle hodnoty 1. ionizačního potenciálu (eV)

Vliv HMI na zlepšení výtěžnosti Cd (10 ppb) v zasolené matici je patrný na Obrázku 2. Při poměru CeO/Ce na úrovni 2,5%, která je běžná pro ICP-MS systémy jiných výrobců, je výtěžnost Cd v matici s nízkým obsahem solí (0,03%) jen 86%.

Velmi nízké výtěžnosti (16%) je pak dosaženo v matici s 3% obsahem solí. V klasickém nastavení robustnosti plazmy běžném pro ICP-MS 7800 s poměrem CeO/Ce 1% (bez HMI) je matriční suprese mnohem nižší, nicméně stále patrná.

Podíváme-li se však na případ s využitím HMI je vidno, že výtěžnost Cd je blížká 100% a to pro všechny vzorky včetně těch s obsahem solí 3%.



ICP-MS 7800 Agilent s technologií HMI je schopné měřit i velmi zasolené a matričně různorodé vzorky přesně a to i bez použití matričně přizpůsobených standardů. To velmi výrazně zvyšuje kvalitu naměřených dat i produktivitu a usnadňuje i zefektivňuje analytické postupy.

Obrázek 2. Výtěžnost Cd ve vzorcích s obsahem TDS až 3%. HMI poskytuje konsistentní výtěžnost v rozmanitých maticích a proto není třeba matrix-matchingu kalibračních standardů.