

Автоматизиран анализ на проби от околната среда с матрица от нисък към висок TDS с помощта на единичен ICP-MS метод

Ефективен многоелементен анализ на води, седименти и почви от Agilent 7850 ICP-MS с усъвършенствана система за разреждане



Автор:
Rentaro Yamashita
Agilent Technologies,
Inc.

Въведение

Agilent Advanced Dilution System 2 (ADS 2) е нова система за автоматично разреждане с две спринцовки за ICP-MS инструменти на Agilent, която може автоматично да разрежда основни стандарти и проби до 400 пъти. Agilent разработи ADS 2, за да подобри ефективността и цената на проба на елементните анализи чрез автоматизиране на калибрирането, разреждането на пробата и повторния анализ на проби извън диапазона.¹

Със своите ниски граници на откриване, широк динамичен обхват, висока производителност и многоелементни възможности, ICP-MS се използва широко в екологични лаборатории за количествено определяне на множество елементи в проби с различни матрици. Съоръженията за неорганични екологични тестове играят решаваща роля в мониторинга на околната среда, тестването за съответствие с разпоредбите и изучаването на въздействието на елементарните замърсители върху екосистемите. Средни до големи договорни лаборатории могат да анализират много стотици проби на ден, включително питейни и повърхностни води, почви, седименти, отпадъчни води, селскостопански продукти и химически разливи. За да управляват такива големи и разнообразни натоварвания с проби, ръководителите на лаборатории непрекъснато търсят нови начини за повишаване на ефективността и производителността на своите работни процеси и за намаляване на изискванията към персонала.

Много лаборатории обикновено проверяват неизвестни проби преди разработване на метод или количествен анализ. Въпреки това, с интегрирания ADS 2, Agilent ICP-MS може да обработва по-голямо разнообразие от типове проби без предварителен скрининг чрез комбиниране на предписано и реактивно разреждане – което значително подобрява пропускателната способност на пробите.

Agilent 7850 ICP-MS е идеален за прецизно измерване на проби от околната среда, включително проби с високо общо съдържание на разтворени твърди вещества (TDS).^{2, 3} 7850 ICP-MS включва следните функции, които са от полза за лабораториите за рутинно изпитване:

- **Стабилен плазмен източник на йони:** оптимизираната плазма (ниско съотношение на CeO^+/Ce^+) може лесно да обработва различни типове проби, осигурявайки точни данни, добра дългосрочна стабилност и по-ниски изисквания за поддръжка.
- **Линеен динамичен обхват от десет порядъка:** широкият аналитичен обхват опростява настройката на метода, тъй като основните и следи от анализи могат да бъдат измерени в един цикъл, което означава по-малко повторения, поради резултати над обхвата.
- **Режим на сблъсък с хелий (He) на Octopole Reaction System (ORS4):** Режимът на сблъсък He се използва за контролиране на често срещани спектрални смущения чрез дискриминация на кинетична енергия (KED), като се гарантира точност на данните.
- **Ultra High Matrix Introduction (UHMI) технология за аерозолно разреждане:** UHMI допълнително подобрява вече изключителната устойчивост на плазмата на 7850 ICP-MS, позволявайки на инструмента да обработва проби с процентни нива на TDS.
- **Agilent ICP-MS MassHunter:** мощният софтуер включва полезни софтуерни. предварително зададени, настройки, вграден метод и шаблони за отчети и лесни за използване функции, които опростяват всички аспекти на аналитичния работен процес.

За допълнително подобряване на производителността на лабораторията чрез автоматизация, напълно интегрирана система, включваща 7850 ICP-MS и ADS 2, позволява следните три важни спестяващи време функции да се изпълняват автоматично:

– **Автоматично калибриране:** всички калибрационни криви могат да бъдат изготвени автоматично от един изходен разтвор, което значително намалява времето, необходимо за приготвяне на стандартни разтвори.

– **Предварително зададено разреждане:** автоматичното разреждане на пробите преди измерване намалява времето, необходимо за приготвяне на проби с високи концентрации на матрицата. Онлайн автоматичното разреждане не само намалява ръчния труд, но също така избягва риска от въвеждане на човешка грешка и замърсяване по време на подготовката на пробата.

– **Реактивно разреждане:** автоматично разреждане и повторно измерване на пробите незабавно, когато концентрацията превиши обхвата на калибриране или когато елементите на вътрешния стандарт (ISTD) показват потискане или подобрение. Тази функционалност на ADS 2 избягва преработката след анализа и ръчното разреждане на проби извън диапазона, като допълнително подобрява производителността и освобождава анализаторите да се концентрират върху по-продуктивни задачи.

Тази приложна бележка използва Agilent 7850 ICP-MS, оборудван с ADS 2 и Agilent SPS 4 автоматичен пробоотборник за измерване на 26 основни, второстепенни и микроелементи в различни проби от околната среда, използвайки един метод. Точността на разреждане и дългосрочната стабилност на 7850 ICP-MS с ADS 2 се оценява по време на анализа на питейна вода, отпадъчни води, речни седименти, почва и синтетична морска вода.

Експерименталната част

Инструментариум

7850 ICP-MS с интегриран ADS 2 и SPS 4 автоматичен семплер (Фигура 1) беше напълно контролиран с помощта на софтуера ICP-MS MassHunter версия 5.3. ADS 2 е предварително конфигурирана модулна система за разреждане с две спринцовки, която включва усъвършенствана клапанна система за ICP-MS (AVS MS) *. Системата е лесна за инсталиране, работа, поддръжка и отстраняване на неизправности – все фактори, които ще намалят текущите разходи и ще подобрят пропускателната способност на пробите чрез намаляване на ръчните операции и изискванията за време на анализатора.



Фигура 1. Agilent 7850 ICP-MS, оборудван с авторазредител Agilent ADS 2 и автоматичен пробоотборник Agilent SPS 4.

7850 ICP-MS снабден със стандартна система за въвеждане на проба, състояща се от стъклен концентричен пулверизатор MicroMist, кварцова спрей камера с контролирана температура и кварцова горелка с инжектор с 2,5 mm вътрешен диаметър. Използван е никелиран меден конус за поемане на проби с никелов скимер конус.

Както е показано в таблица 1, ORS4 работи в три газови режима: без газ (за Be), режим с Хелий (He) (за 24 елемента) и подобрен, високоенергиен He (HENE режим за Se). UHMI-4 е избран като плазмена настройка, тъй като съдържанието на TDS на някои от пробите е неизвестно. Таблица 1 показва параметрите на плазмата и инструмента; застрехованите редове показват автоматично дефинираните UHMI настройки. Напреженията на йонните лещи са автоматично оптимизирани, за да се увеличи максимално чувствителността.

Таблица 1. Agilent 7850 ICP-MS работни параметри.

Параметър	Без Gas	He	HENE
Plasma Mode	UHMI-4		
RF Power (W)	1600		
Sample Depth (mm)	10		
Nebulizer Gas (L/min)	0.83		
Dilution Gas (L/min)	0.15		
Lens Tune	Autotune		
Cell Gas Flow Rate (mL/min)	0	5	10
Energy Discrimination (V)	5	5	7

Застрехованите параметри се дефинират автоматично с помощта на UHMI. Подобрени настройки за режим HENE, използвани за селен (Se).

ADS 2 може да разрежда автоматично разтвори с коефициент до 400, което го прави изключително подходящ за изготвяне на многостепенни калибрации и автоматично разреждане на проби с висока матрица (предписано разреждане). В допълнение към предписаното разреждане, ADS 2 може да се използва за автоматично разреждане и повторно измерване на пробите (реактивно разреждане), ако концентрацията на някои елементи надвишава дефинирана от потребителя концентрация, като максималната концентрация за калибриране.

Както е показано на Фигура 2, функцията за реактивно разреждане може да бъде зададена в раздела на софтуера за контрол на качеството за „Извън обхвата на концентрацията на калибрационната крива“, като изберете „Разреждане и повторно пускане“. Разреждането и повторното пускане могат да се приложат и към вътрешния стандартен сигнал „Възстановяване на ISTD“.

Outlier	Method		Reference	Error Action
	Minimum Value	Maximum Value		
Calibration Curve Fit R	0.995			Ignore and Continue
Relative Standard Error %		90		Abort
Relative Error %		90		Abort
ISTD Recovery % [compared with CalBik]	75	125		Dilute and Re-Run
Spike Recovery % [compared with SpikeRef]			Spike Ref	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC1' Sample]	90	110	QC1	Recalibrate and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC2' Sample]	85	115	QC2	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC3' Sample]			QC3	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC4' Sample]			QC4	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC5' Sample]			QC5	Ignore and Continue
Count RSD %		5	>= 10000 cps	Ignore and Continue
Blank Conc Level % [use 'BikVrfy' Sample]		100	BikVrfy	Run Blank and Continue
Out of Calibration Curve Concentration Range %		125		Dilute and Re-Run

Фигура 2. Раздел QC в софтуера Agilent ICP-MS MassHunter версия 5.3, показващ действие в случай на извънредни резултати за възстановяване на ISTD и/или извън обхвата на концентрацията на калибрационната крива %.

Подробностите за хардуерната настройка за ADS 2 и SPS 4 са изброени в таблица 2, а параметрите за въвеждане на проба на ADS 2 са показани в таблица 3.

Таблица 2. Конфигурация на Agilent ADS 2 и Agilent SPS 4 автосамплер.

Параметър	Детайли
Sample Loop	1.5 mL
Carrier Syringe	5 mL, glass
Diluent Syringe	10 mL, quartz
Time per Analysis	150 s (no-dilution), 175 to 190 s (with dilution)
Probe	1.0 mm id, 100 cm long (tubing)
Peri Pump Tubing	Supply side: gray/gray. Drain side: purple/white.

Таблица 3. Параметри за въвеждане на проба на Agilent ADS 2.

Phase	Time (s)	Pump Speed (%)	Vial	Valve
Sample Load	10	50	Sample	Load
Stabilize	8	5	Rinse Port	Inject
Probe Rinse (Sample/Std)	15	5	Rinse Port	Inject
Probe Rinse 1	5	50	Rinse Port	Inject
Probe Rinse 2	20	0	Rinse Port	Inject
Rinse 3	1	0	Home	Inject
Optional Loop Probe Wash	10	50	Rinse Port	Load
Optional Loop Wash	1	5	Rinse Port	Inject
Optional Loop Probe Wash (Dilution)	10	50	Rinse Port	Load

Изплакване на сонда 1: всяко замърсяване на разтвора за изплакване по време на „Изплакване на сонда (проба/стандартно)“ се отстранява чрез увеличаване на скоростта на помпата за кратко време. Изплакване на сонда 2: свежият разтвор за изплакване позволява натрупване на време в отвора за изплакване, готов за опционалния процес на измиване на цикъла. Probe Rinse 3 спестява консумацията на разтвора за изплакване, като настройва сондата в позиция „начало“.

Проби и разтвори

Всички разтвори (носител, разреждател, изплакване, вътрешен стандарт и стандарти за калибриране) бяха приготвени с помощта на 1% азотна киселина (HNO3) и 0,5% солна киселина (HCl). HCl беше включен, за да се гарантира стабилността на елементи като Ag, Sb и Hg в разтвора.

Стандартите за калибриране, пиковите и стандартите за контрол на качеството (QC) бяха изготвени от стандарта за калибриране на околната среда на Agilent (номер на част 5183-4688). Използвани са също едноелементни стандарти за Al, Mn, Zn, Hg и Pb (Kanto Chemicals, Япония)*. Кривите на калибриране бяха направени от единичен смесен изходен стандарт, който беше автоматично разреден до 400x, 200x, 100x, 50x, 20x, 10x, 5x, 2x и 1x (неразреден) с помощта на ADS 2. Диапазонът на калибриране на всеки елемент е изброени в таблица 4.

Таблица 4. Диапазон на концентрация на кривите на калибриране.

Elements	Calibration Range (µg/L)
Na, Mg, Al, K, Ca, and Fe	25 to 10,000
Mn, Zn, and Pb	2.5 to 1,000
Hg	0.005 to 2
Be, V, Cr, Co, Ni, Cu, As, Se, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Th, and U	0.25 to 100

Подробности за питейната вода, отпадъчните води, речните седименти, сертифицираните за почвата референтни материали (CRM) и синтетичната морска вода са дадени в таблица 5.

Таблица 5. Списък на пробите от околната среда, анализирани в това изследване.

Name	Type	Supplier
NIST 1643f Trace Elements in Water(1643f)	Drinking water	NIST, Gaithersburg MD
Certified Waste Water - Trace Metals Solution H (CWW-TM-H)	Wastewater	High-Purity Standards, Charleston SC, USA
River Sediment Solution B (RS-B)	River sediment	High-Purity Standards, Charleston SC, USA
Soil Solution B (Soil-B)	Soil	High-Purity Standards, Charleston SC, USA
Marine Art SF-1	Synthetic seawater	Osakayakken, Japan

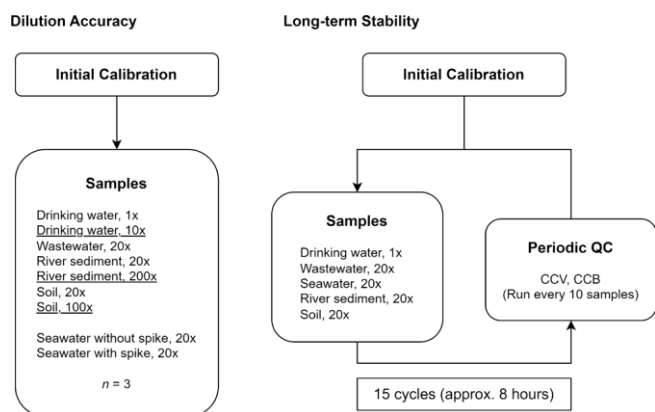
Стандартите за проверка на първоначалното калибриране (ICV) и проверката на продължаващото калибриране (CCV), както и разтворите на празната проба за първоначално калибриране (ICB) и празната проба за продължаващо калибриране (CCB) бяха използвани за проверки на QC по време на работа. Стандартите ICV и CCV бяха приготвени с помощта на ADS 2 чрез разреждане на основния стандарт за калибриране с фактор две.

Разтворът ISTD беше приготвен от Agilent Internal Standard Mix (номер на част 5183-4681). Използвани са едноелементни стандарти* за Ge (SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, USA) и Ir (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA).

Разтворът ISTD, включващ 6Li, Sc, Ge, Y, In, Tb и Ir при 1 ppm, беше автоматично добавен онлайн. Тръби с тесен отвор бяха използвани за минимизиране на разреждането на пробата, което доведе до приблизително 15x разреждане на ISTD запаса.

Аналитичен работен процес

Тестовите за точност на разреждане и дългосрочна стабилност бяха извършени отделно, както е посочено в аналитичния работен процес, показан на фигура 3.



Фигура 3. Аналитична последователност, показваща факторите на разреждане на пробата. За теста за точност на разреждане, подчертаните проби също бяха измерени от Agilent 7850 ICP-MS след автоматично реактивно разреждане от Agilent ADS 2.

За да се оцени точността на разреждане, пробата CRM на питейната вода беше измерена без разреждане, а пробите CRM с по-висока матрица бяха измерени след 20x предписано автоматично разреждане. Измерените резултати са сравнени със сертифицираните стойности. Ако концентрацията на единичен елемент надхвърли обхвата на калибриране, ADS 2 автоматично ще пусне отново пробата след реактивно автоматично разреждане. За по-нататъшна оценка на точността на разреждане беше добавена синтетична проба от морска вода и бяха оценени възстановяването на стандартната добавка.

При теста за дългосрочна стабилност бяха използвани същите фактори на разреждане и проби, въпреки че не беше извършено реактивно разреждане или добавяне на проба от синтетична морска вода. CCV и CCB разтворите се измерват след всеки 10 проби в продължение на осем часа.

Резултати и дискусия

Граници на откриване на инструмента и автокалибриране
Границите на откриване на инструмент (IDL) за 26 елемента бяха изчислени от три пъти стандартното отклонение на измерванията на седем повторени аликвотни части от празната проба за калибриране (Таблица 6).

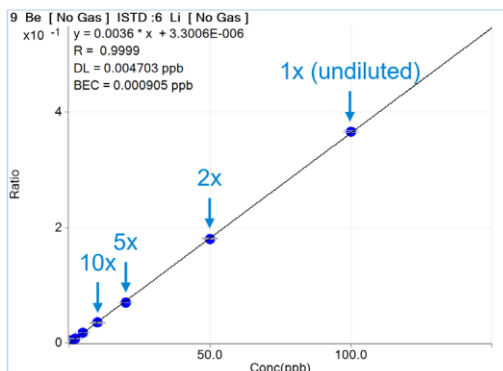
Всички криви на автокалибриране показват отлична линейност в широкия динамичен диапазон от неразредено (1x) до 400x разреждане. Коефициентите на калибриране на всички криви бяха по-големи от 0,9995. Представителни калибрационни криви за елементи в масовия диапазон (Be, V, Cd и Tl) са показани на Фигура 4, съответно отляво и отдясно. Отличната линейност на стандартите за калибриране от по-ниско ниво показва, че ADS 2 е способен на точно разреждане на стандарти до 400x

Таблица 6. Аналит, режим на газ на клетката, вътрешен стандарт и IDL.

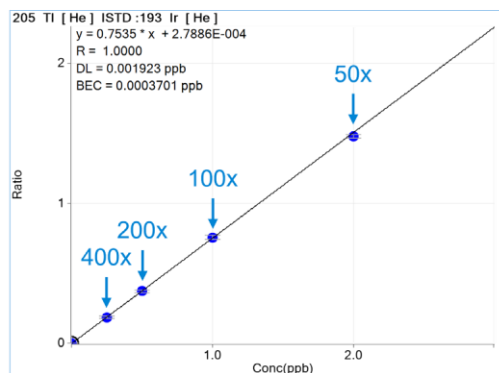
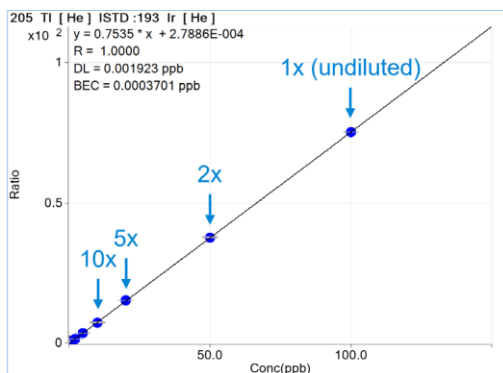
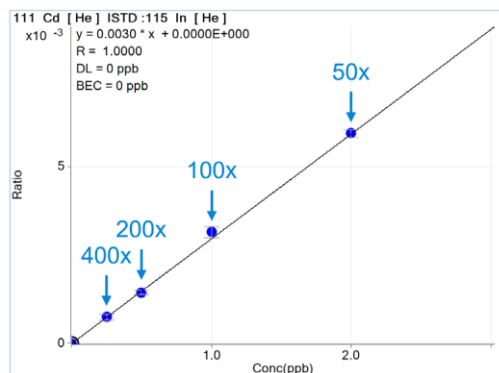
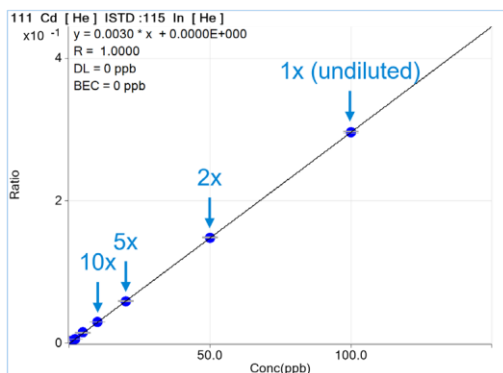
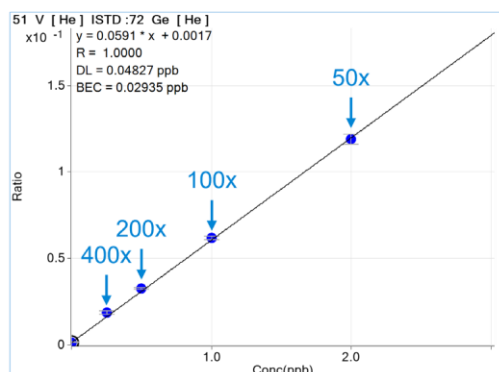
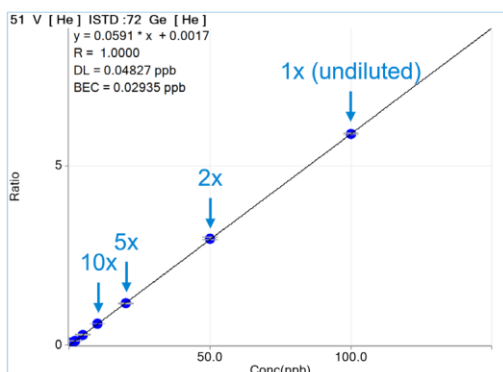
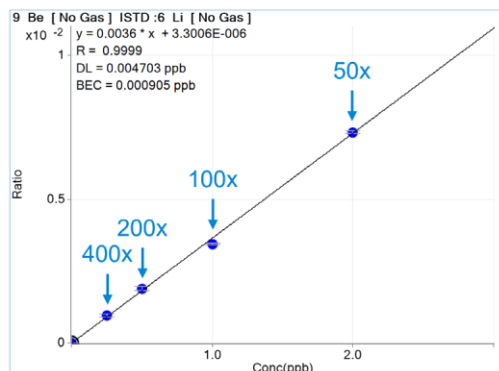
Analyte	Mode	ISTD	IDL (µg/L)
9 Be	No gas	6 Li	0.001
23 Na	He	45 Sc	1.8
24 Mg	He	45 Sc	0.041
27 Al	He	45 Sc	0.055
39 K	He	45 Sc	3.0
44 Ca	He	45 Sc	4.9
51 V	He	72 Ge	0.001
52 Cr	He	72 Ge	0.008
55 Mn	He	72 Ge	0.019
56 Fe	He	72 Ge	0.050
59 Co	He	72 Ge	0.002
60 Ni	He	72 Ge	0.009
63 Cu	He	72 Ge	0.012
66 Zn	He	72 Ge	0.016
75 As	He	72 Ge	0.020
78 Se	HEHe	72 Ge	0.040
95 Mo	He	115 In	0.001
107 Ag	He	115 In	0.001
111 Cd	He	115 In	0.001
121 Sb	He	115 In	0.002
137 Ba	He	115 In	0.019
201 Hg	He	193 Ir	0.003
205 Tl	He	193 Ir	0.0003
Pb*	He	193 Ir	0.0010
232 Th	He	193 Ir	0.0001
238 U	He	193 Ir	0.0001

* Данните за Pb се основават на сумата от изотопи 206, 207 и 208.

Full Scale Deflection



Zoomed Scale



Фигура 4. Криви на калибриране за Be, V, Cd и Tl. Вляво: показва целия диапазон на калибриране, приготвен с помощта на Agilent ADS 2 при 400x разреждане до неразреден. Вдясно: показва само стандартите с ниска концентрация, които бяха автоматично разреждени с помощта на ADS 2 от 50x до 400x.

Точен анализ на CRM с реактивно разреждане

Питейната вода, отпадъчните води, речният седимент и CRM на почвата бяха анализирани три пъти по време на последователността и средната концентрация и възстановяването бяха изчислени за всеки анализиран компонент (Таблица 7). Несертифицираните елементи са означени с „NA“ и възстановяването не се дава. Концентрацията на някои елементи (Na, Ca, Mo и Ba в питейната вода; Al, Ca, Cr, Fe и Ba в речния седимент; и Al, K, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Ba и Pb в почвата) първоначално са измерени над диапазона на калибриране. Следователно, за тези елементи в тези матрици, данните, показани в зазрихованите клетки, са получени след реактивно разреждане от ADS 2

Както е показано в таблица 7, всички сертифицирани елементи дават възстановяване в рамките на $100 \pm 10\%$, като повечето елементи показват по-добро от $100 \pm 5\%$ възстановяване. Резултатите показват, че 7850 ICP-MS и ADS 2 могат да определят количествено различни типове проби от околната среда, използвайки един метод, който включва реактивно автоматично разреждане, когато е необходимо.

Таблица 7. Измерени концентрации и възстановяване на сертифицирани елементи в CRM, (n = 3). Единиците за концентрация са µg/L. Данните, показани в зазрихованите клетки, са получени от Agilent 7850 ICP-MS след автоматично реактивно разреждане от Agilent ADS 2.

Element	Drinking Water (1643f)				Wastewater (CWW-TM-H)			
	Dilution Factor	Certified Value	Mean Conc.	Recovery (%)	Dilution Factor	Certified Value	Mean Conc.	Recovery (%)
9 Be	1	13.53	13.9	102	20	20	19.2	96
23 Na	10	18640	19500	105	20	NA	608	-
24 Mg	1	7380	7410	100	20	NA	< DL	
27 Al	1	132.5	137	104	20	100	104	104
39 K	1	1913.3	1980	103	20	NA	268	-
44 Ca	10	29140	30600	105	20	NA	253	-
51 V	1	35.71	35.9	100	20	500	508	102
52 Cr	1	18.32	18.4	100	20	500	522	104
55 Mn	1	36.77	37.3	102	20	100	98.8	99
56 Fe	1	92.51	96.7	105	20	250	266	107
59 Co	1	25.05	25.0	100	20	500	529	107
60 Ni	1	59.2	58.4	99	20	500	534	107
63 Cu	1	21.44	20.7	96	20	500	536	107
66 Zn	1	73.7	75.0	102	20	500	522	104
75 As	1	56.85	57.1	100	20	100	105	105
78 Se	1	11.583	11.7	101	20	50	49.6	99
95 Mo	10	114.2	116	102	20	100	104	104
107 Ag	1	0.9606	0.929	97	20	20	20.9	104
111 Cd	1	5.83	5.80	100	20	100	102	102
121 Sb	1	54.9	54.8	100	20	200	201	100
137 Ba	10	513.1	512	100	20	100	100	100
201 Hg	1	NA	0.021	-	20	NA	0.175	-
205 Tl	1	6.823	6.95	102	20	250	238	95
Pb*	1	18.303	18.7	102	20	500	485	97
232 Th	1	NA	0.007	-	20	NA	0.048	-
238 U	1	NA	0.006	-	20	NA	< DL	-

* Данните за Pb се основават на сумата от изотопи 206, 207 и 208.

Таблица 7 продължение. Измерени концентрации и възстановяване на сертифицирани елементи в CRM, (n = 3). Единиците за концентрация са µg/L. Данните, показани в зацрихованите клетки, са получени от Agilent 7850 ICP-MS след автоматично реактивно разреждане от Agilent ADS 2.

Element	River Sediment (RS-B)				Soil (Soil-B)			
	Dilution Factor	Certified Value	Mean Conc.	Recovery (%)	Dilution Factor	Certified Value	Mean Conc.	Recovery (%)
9 Be	20	NA	0.025	-	20	NA	< DL	-
23 Na	20	50000	50300	101	20	100000	100000	100
24 Mg	20	120000	119000	99	20	80000	79400	99
27 Al	200	600000	589000	98	100	700000	680000	97
39 K	20	200000	197000	98	100	210000	204000	97
44 Ca	200	300000	303000	101	20	125000	121000	97
51 V	20	1000	959	96	20	800	772	97
52 Cr	200	15000	14800	98	20	400	389	97
55 Mn	20	6000	5800	97	100	100000	97600	98
56 Fe	200	400000	409000	102	100	350000	351000	100
59 Co	20	150	151	100	20	100	104	104
60 Ni	20	500	478	96	20	200	205	102
63 Cu	20	1000	944	94	100	3000	3000	100
66 Zn	20	5000	4720	94	100	70000	69500	99
75 As	20	200	191	96	100	6000	5810	97
78 Se	20	10	10.7	107	20	NA	1.61	-
95 Mo	20	NA	0.83	-	20	NA	1.03	-
107 Ag	20	NA	0.19	-	20	NA	0	-
111 Cd	20	30	28.7	96	20	200	196	98
121 Sb	20	40	40.1	100	20	400	387	97
137 Ba	200	4000	3790	95	100	7000	6710	96
201 Hg	20	NA	0	-	20	NA	< DL	-
205 Tl	20	10	9.34	93	20	NA	0	-
Pb*	20	2000	1890	94	100	60000	57500	96
232 Th	20	100	95.1	95	20	100	95.6	96
238 U	20	30	28.9	96	20	250	239	95

* Данните за Pb се основават на сумата от изотопи 206, 207 и 208.

Възстановяване на spike в проба от морска вода

Резултатите от матричните пикове за микроелементи в синтетичната проба от морска вода са показани в Таблица 8. Концентрацията на пикове е 1/10 от стандартния разтвор за калибриране (Таблица 4) за повечето елементи, с изключение на Ba (20 µg/L) и Hg (1 µg /L). Концентрацията на основните елементи (Na, Mg, K и Ca) в оригиналната проба от морска вода беше твърде висока в сравнение с нивото на пика, така че не се съобщава за възстановяване на тези елементи.

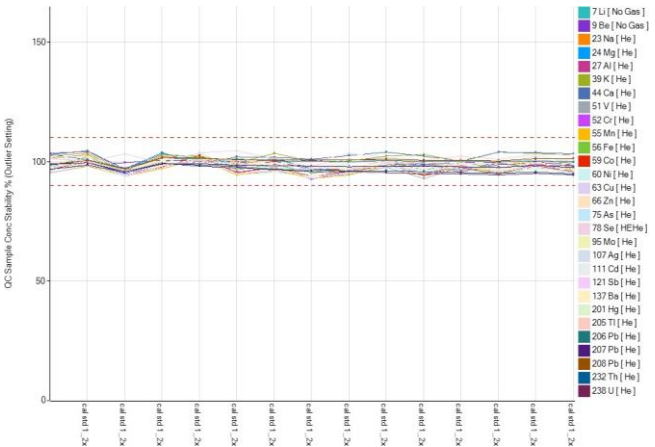
Възстановяванията за всички микроелементи в пробата от морска вода са в рамките на 100 ± 10% от нивото на пика, демонстрирайки точноста на количествения 7850 ICP-MS метод.

Таблица 8. Spike аналитичен добив на микроелементи в синтетична морска вода, (n = 3).

Element	Dilution Factor	Spike Conc (µg/L)	Recovery (%)
9 Be	20	10	94
27 Al	20	1000	95
51 V	20	10	97
52 Cr	20	10	102
55 Mn	20	100	97
56 Fe	20	1000	97
59 Co	20	10	96
60 Ni	20	10	94
63 Cu	20	10	95
66 Zn	20	100	93
75 As	20	10	93
78 Se	20	10	101
95 Mo	20	10	95
107 Ag	20	10	93
111 Cd	20	10	98
121 Sb	20	10	91
137 Ba	20	20	93
201 Hg	20	1	99
205 Tl	20	10	92
Pb*	20	100	96
232 Th	20	10	96
238 U	20	10	97

* Данните за Pb се основават на сумата от изотопи 206, 207 и 208.

Дългосрочна стабилност (CCV и ISTD аналитичен добив) Възстановяванията на всички аналити в ICV и CCV разтворите се измерват автоматично след всеки 10 проби по време на аналитичната последователност. CCV беше измерен 15 пъти почти осем часа. Както е показано на фигура 5, всички възстановявания на CCV са в рамките на 100 ± 10% от очакваната концентрация.

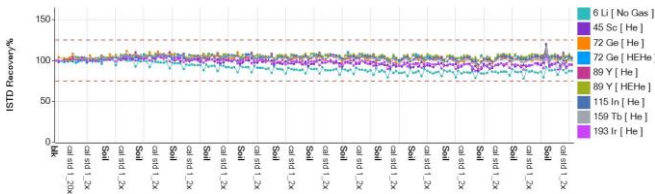


Фигура 5. CCV аналитичен добив през 8-часовата последователност. 2х разределеният стандартен разтвор за калибриране се използва като CCV. Червените пунктирани линии показват ±10% контролни граници.

Аналитичния добив по ISTD също бяха измерени във всички проби и стандарти в продължение на девет часа без необходимост от повторна настройка или повторно калибриране. Както е показано на фигура 6, всички възстановяване на ISTD бяха в рамките

±25% през целия цикъл, демонстрирайки здравината и стабилността на метода.

Отличните резултати за стабилност показват пригодността на 7850 ICP-MS с ADS 2 за рутинен анализ на множество елементи в проби от околната среда, включително проби с висока матрица, без загуба на чувствителност.



Фигура 6. ISTD стабилност на 140 проби. Възстановяванията по ISTD бяха нормализирани спрямо празната проба за калибриране за всички проби. Червените пунктирани линии показват ±25% контролни граници.

Заклучение

Agilent 7850 ICP-MS, оборудван с усъвършенстваната система за разреждане на Agilent (ADS 2), опрости анализа на води, седименти и почви чрез автоматизиране на времеемки ръчни задачи. Напълно интегрираната автоматизирана система за разреждане беше използвана за анализиране на дълга последователност от проби, включително проби с висока матрица, като се използва един метод.

Технологията за аерозолно разреждане на UHMI на 7850 ICP-MS осигури стабилните плазмени условия, необходими за минимизиране на ефектите на матрицата и дрейфа по време на анализа на тези проби с висока матрица. Режимът на клетка за сблъсък на хелий се оказа ефективен за премахване на всички обичайни многоатомни смущения, получени от матрица, осигурявайки точни резултати в диапазона от сложни матрици на проби. ADS 2 подобри ефективността на работния процес на ICP-MS, като предостави:

- Автоматизирано разреждане на изходните стандарти и проби за калибриране.
 - Автоматично калибриране на инструмента с помощта на един стандартен стандарт, въпреки че могат да се използват два или повече стандартни стандарта, ако е необходим още по-широк диапазон на калибриране.
 - Автоматично, предписано разреждане на пробите. По принцип пробите с високи концентрации на матрицата често се разреждат преди измерване. С тази функция ръчните операции по разреждане могат да бъдат пропуснати.
 - Реактивно разреждане на пробите, когато елементите надхвърлят обхвата на калибриране, облекчавайки необходимостта от повторна обработка след анализа и повторно измерване на партида от проби.
- 7850 ICP-MS с ADS 2 съкращава времето за обработка на пробите и понижава цената на проба, като същевременно подобрява качеството на количествените резултати чрез елиминиране на отнемашите време ръчни задачи.

Препратки

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Agilent publication, [5994-7211EN](#)
2. Yamanaka, K., Wilbur, S., Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, Agilent publication, [5991-5208EN](#)
3. Kubota, T., Routine Analysis of Soils using ICP-MS and Discrete Sampling, Agilent publication, [5994-2933EN](#)

Свързана информация

Zou, A., Yamanaka, M., Intelligent Analysis of Wastewater using an Agilent ICP-MS with Integrated Autodilutor, Agilent publication, [5994-7113EN](#)

Riles, P., Productive Analysis of High Matrix Samples using ICP-MS with Advanced Dilution System, Agilent publication, [5994-7232EN](#)

Списък с консумативи

Product Type	Agilent Part Number	Description
Sample Loop for AVS MS/ADS 2	5005-0425	1.50 mL 1.00 mm ID 1/pk
Bottle Kits	5005-0435	Diluent/Carrier 6 L Bottle kit, includes a 6 L can, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve
	5005-0436	Diluent 2 L PFA bottle kit for ICP-MS, includes 2 L PFA bottle, GL45 StaySafe cap, fittings, and venting valve
	5005-0437	Waste container kit, includes a 10 L waste can, S60 StaySafe cap, fittings, and acid vapor filter
AVS MS Tubing Kit	G8411-68202	AVS MS preconfigured kit
ADS 2 Tubing Kits	5005-0106	ADS 2 tubing kit, Valve C set-up, 2/pk
	5005-0107	ADS 2 tubing kit, Valve C - AVSMS Pump, 1/pk
	5005-0182	ADS 2 tubing kit, Valve C - AVSMS Valve, 1/pk
	5005-0102	ADS 2 tubing kit, Valve B set-up, 4/pk
	5005-0103	ADS 2 tubing kit, Valve A – Valve C, 1/pk
	5005-0105	ADS 2 tubing kit, Carrier/Diluent, 2/pk
	G8457-68004	ADS 2 tubing kit, Valve A - AVSMS Valve, 1/pk

www.agilent.com/chem/7850icp-ms

DE57832086

This information is subject to change without notice.