

Široký dynamický rozsah elektronásobičového detektoru

Agilent ICP-MS

Měření majoritních prvků pomocí ICP-MS

Analýza ICP-MS využívá přímé měření iontů, které ve spojení s efektivním vyloučením fotonů a neutrálních částic zajistí nízké signály pozadí a poskytne tak vysokou citlivost, které dělá techniku ICP-MS vhodnou pro analýzu stopových prvků.

Mnoho aplikací však vyžaduje ve stejném měření stanovení makro prvků společně se stopovými analyty. Některé systémy ICP-MS používají detektor s ~ 9 řády dynamického rozsahu. Tento rozsah však nestačí pro pokrytí rozsahu koncentrací od nejnižší koncentrací stopových prvků až po makro prvky. Uživatelé těchto ICP-MS pak musí pro analýzu prvků s vysokou koncentrací volit speciální nastavení systému jako například:

- Rozladění iontových čoček nebo napětí cely, aby tak snížili transmisi iontů na hmotách očekávaných makro prvků
- Vybrat pro makro prvky „low gain“ režim detektoru

Je to však značně limitující; uživatel musí předem vědět, které prvky budou mít vysokou koncentraci, aby pro ně byl schopen v metodě definovat speciální nastavení.

ICP-MS od Agilent nabízejí jednodušší a spolehlivější přístup. S využitím vlastních patentovaných detektorů a zesilovací elektroniky mohou ICP-MS Agilent pokrýt rozsah 10 nebo 11 řádů, umožňující změření makro prvků bez nutnosti speciálních nastavení.

Elektronásobičové detektory v ICP-MS

Většina ICP-MS spektrometrů pro kvantifikaci signálu iontů používá elektronové násobiče (EN). EN se skládají ze série nabitých desek neboli dynod. Každý iont, který dopadne na první dynodu uvolní několik elektronů, které putují na druhou dynodu, kde uvolňují další a další elektrony a postup se opakuje. Jak elektrony kaskádovitě postupují řadou dynod, signál se „násobí“ do té míry, že čítecí elektronika dokáže vyhodnotit počet iontů. Tento proces je schematicky znázorněn na obrázku 1.



Obrázek 1. Elektronásobičový detektor – znázornění kaskády elektronů, která vede ke kvantifikaci iontů na základě impulsů.

Signály s nízkou intenzitou se měří v módu „sčítání impulsů“, kde se každý jednotlivý iont, který zasáhne detektor, zaznamená jako jeden impuls. Tento „high-gain“ mód umožňuje měření signálů nízké intenzity na nad signálem šumu. Při vyšších intenzitách signálu by byl režim počítání impulsů přetížen a odezva by byla nelineární. Při takto vysokých signálech se EN automaticky přepne do režimu „low-gain“ pomocí detekce analogového signálu.

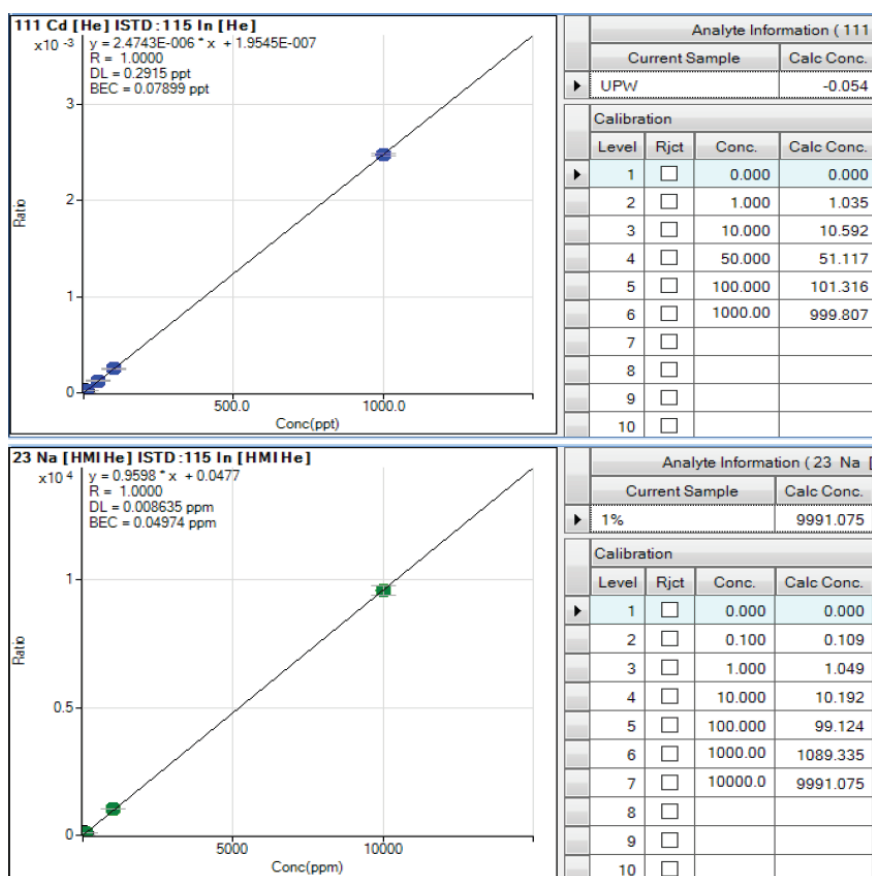
V analogovém režimu měří dílčí dynoda četnost impulsů jako proud procházející detektorem, místo aby zaznamenávala jednotlivé počty. Když signál překročí prahovou hodnotu počtu impulsů, je detektor „zahrazen“, takže signál neprojde na další dynody. V tomto případě se pro měření použije analogový signál, křížově nakalibrovaný s oblastí pulsního čítání.

Elektronásobičové detektory v ICP-MS

Použitelný analytický rozsah přístroje ICP-MS závisí kromě dynamického rozsahu detektoru i na mnoha dalších faktorech. Přesná analýza stopových analytů vyžaduje dobrou ionizaci atomů v plazmatu, vysokou transmisí iontů, nízké pozadí a účinnou kontrolu stopových interferencí, které ovlivňují celou řadu hmot.

Analýza vysokých koncentrací majoritních prvků vyžaduje dobrou matriční toleranci a robustní plazma, protože analyty s vysokou koncentrací přispívají k matrici, a proto mohou způsobit potlačení signálu.

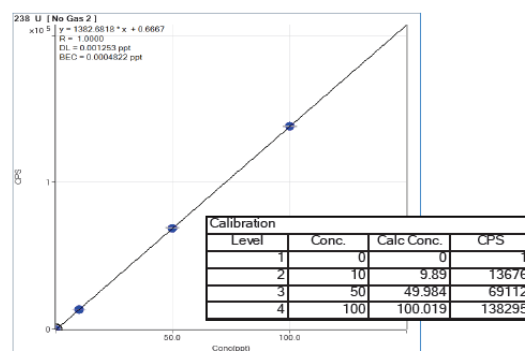
Kombinace vynikající citlivosti a špičkové odolnosti vůči matrici znamená, že systémy Agilent ICP-MS mohou plně využívat široký lineární dynamický rozsah detektoru. Detektory Agilent ICP-MS pokrývají dynamický rozsah 10 nebo 11 řádů, v závislosti na modelu ICP-MS nebo ICP-QQQ, jak je znázorněno na obrázku 2.



Obrázek 2. Analýza nízkých a vysokých koncentrací na Agilent 7900 ICP-MS: Nahoře; kalibrace Cd od 1 ppt do 1 ppb; BEC <0,1 ppt. Dole; kalibrace Na od 0,1 do 10 000 ppm. Celkový koncentrační rozsah pokrývá škálu 11 řádů.

Při multiprvkových analýzách variabilních vzorků s neznámým složením musí být pro praktické využití ICP-MS schopen měřit jakoukoliv hladinu analytu bez nutnosti rozsáhlého nastavování metody. Systémy Agilent ICP-MS jsou obvykle provozovány v nastavení, které podporuje rutinní analýzu a jsou tedy optimalizovány na robustnost na úkor vysokého signálu.

Přístroje Agilent ICP-MS však používají optimalizovanou iontovou cestu s mimo osu uloženými Omega čočkami, které zvyšují transmisí iontů. Výsledkem je mimořádně vysoká citlivost pro analýzu vzorků s nízkou matricí. Ladění na ultra-vysokou citlivost je znázorněno na obrázku 3, který ukazuje kalibraci U od 0 do 100 ppt, s DL 1,3 ppq a citlivostí 1,38 Gcps / ppm.



Obrázek 3. Možné je dosáhnout ultra-vysoké citlivosti pokud je Agilent 7900 ICP-MS optimalizován pro citlivost na úkor nižší robustnosti ~ 2,5% CeO.

Závěr

Široký dynamický rozsah detektorů Agilent ICP-MS podporuje analýzu stopových a majoritních prvků v jedné analýze. Pouze detektory Agilent ICP-MS poskytují na detektoru skutečný dynamický rozsah 10 nebo 11 řádů. Tento široký dynamický rozsah znamená, že lze analyzovat stopové a majoritní prvky společně, aniž by bylo nutné nastavovat speciální podmínky pro zeslabení vybraných intenzivních signálů majoritních prvků.