



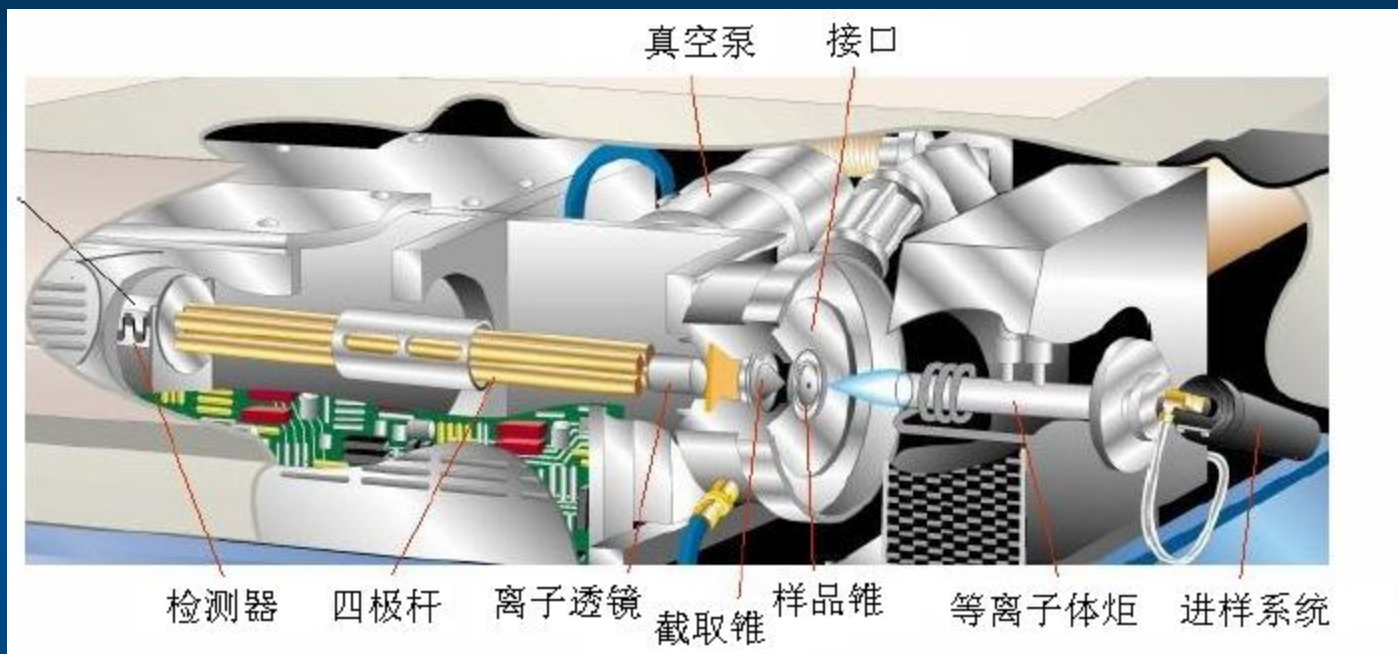
电感耦合等离子体质谱测试地质样品微量元素

(实验项目一)

核资源勘查技术实验教学中心

一、电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）概述

1.1 ICP-MS 仪器结构



美国珀金埃尔默 ICP-MS结构原理图

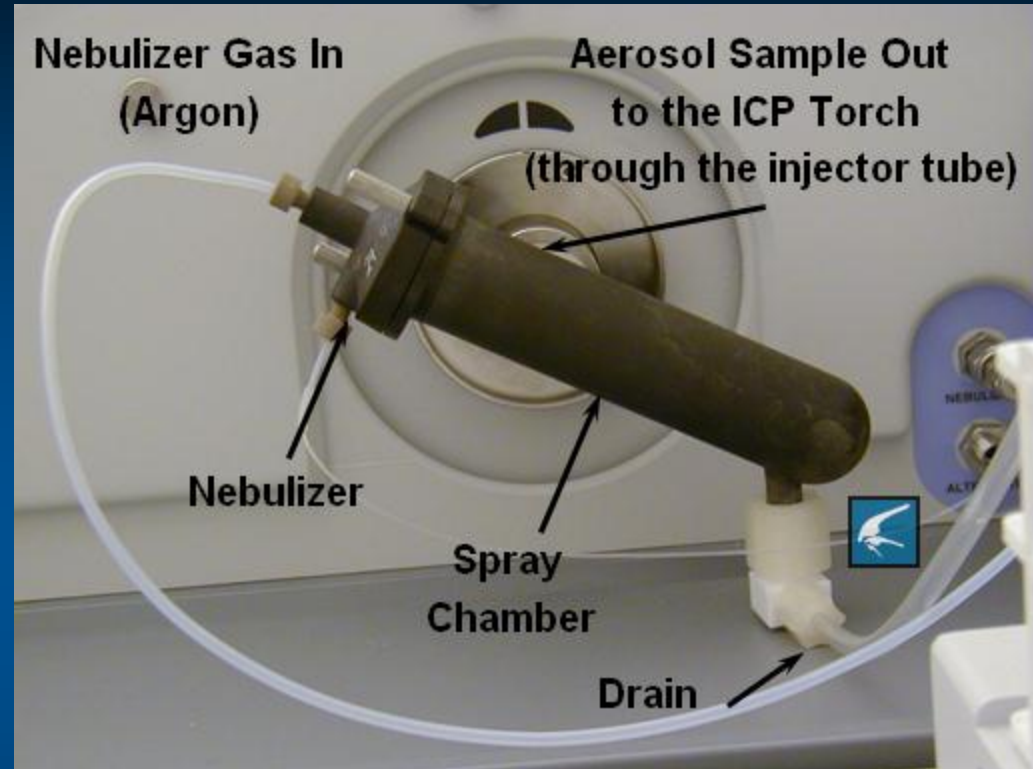
1.2 ICP-MS仪器主要部件及功能

- 样品引入系统 (Sample Introduction System)
- 等离子体 (ICP Torch)
- 接口 (Interface)
- 离子聚焦系统 (Ion Focusing System)
- 质量分析系统 (Mass Analyzer)
- 检测器 (Ion Detector)
- 真空系统 (Vaccum System)

➤ 1.2.1 样品引入系统 (Sample Introduction System)

主要功能：将样品引入仪器

液体样品一般由蠕动泵送入雾化器,形成气溶胶,然后由载气运送到等离子体(ICP)



➤ 1.2..2 等离子体 (ICP Torch)

主要功能：将到达等离子体的样品气溶胶中被测元素离子化

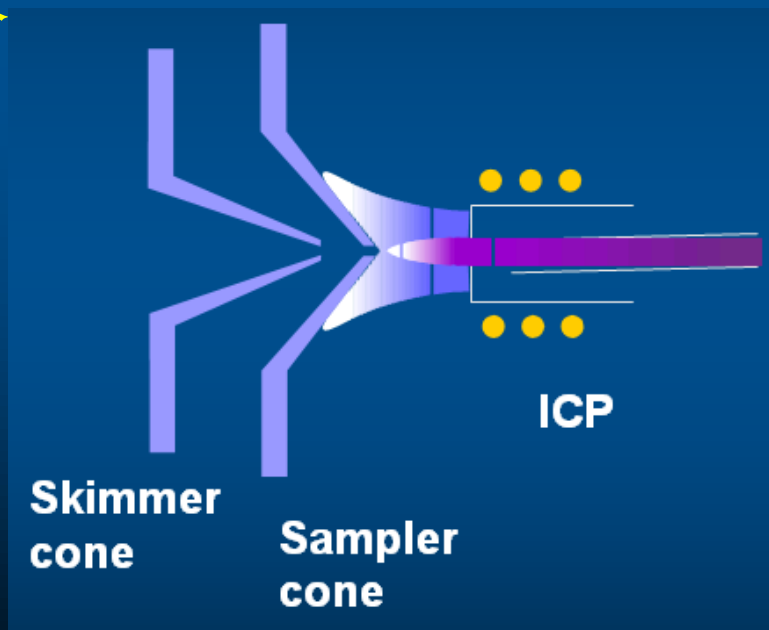
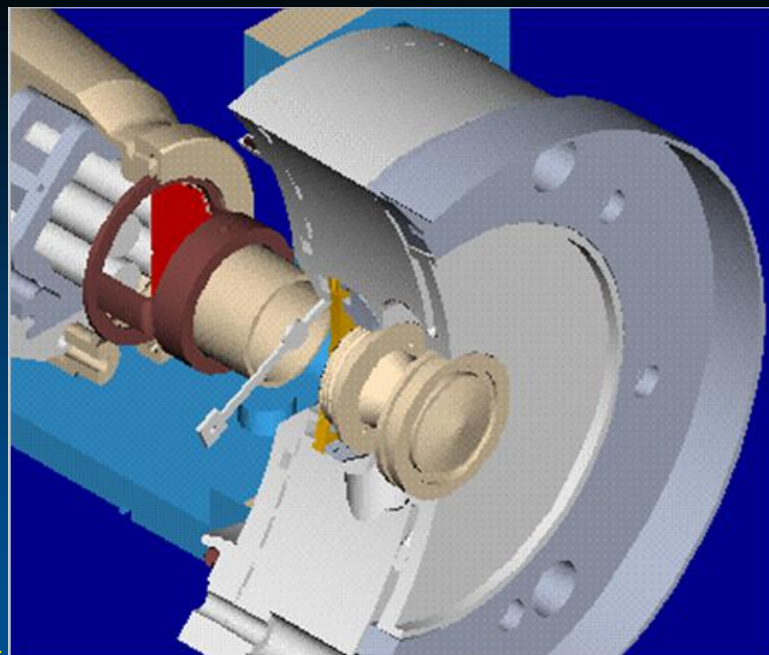
ICP产生的6000K的高温完成样品的去溶、气化、原子化、离子化



➤ 1.2.3 接口 (Interface)

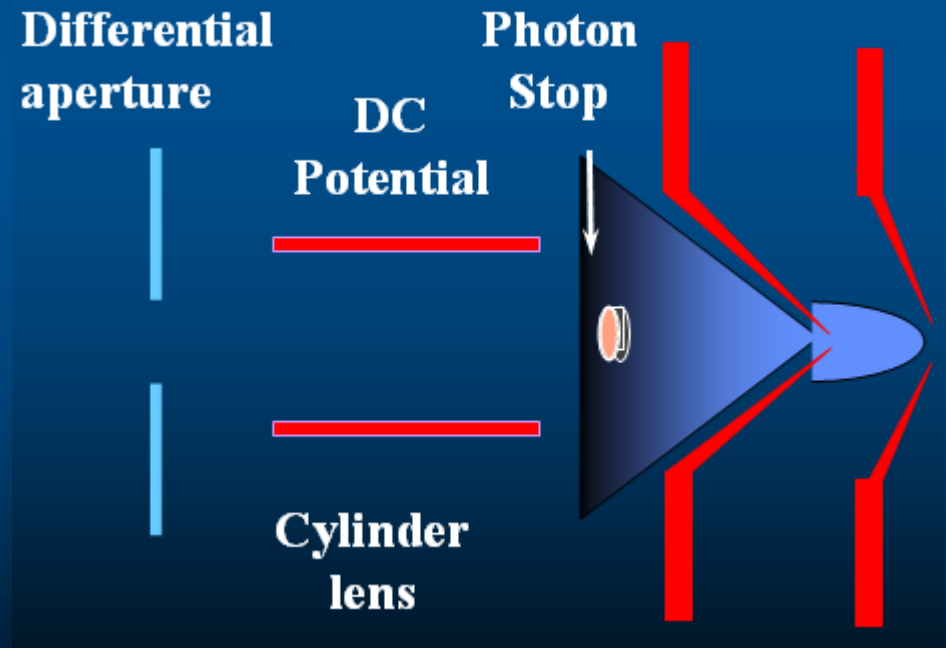
主要功能：将等离子体产生被测元素离子引入质谱仪

由于接口与等离子体之间的压力差，来自ICP中心通道的离子流通过样品锥孔，然后再通过截取锥孔进入质谱仪



➤ 1.2.4 离子聚焦系统 (Ion Focusing System)

主要功能：将接口提取的被测元素离子聚焦,并送入质量分析系统

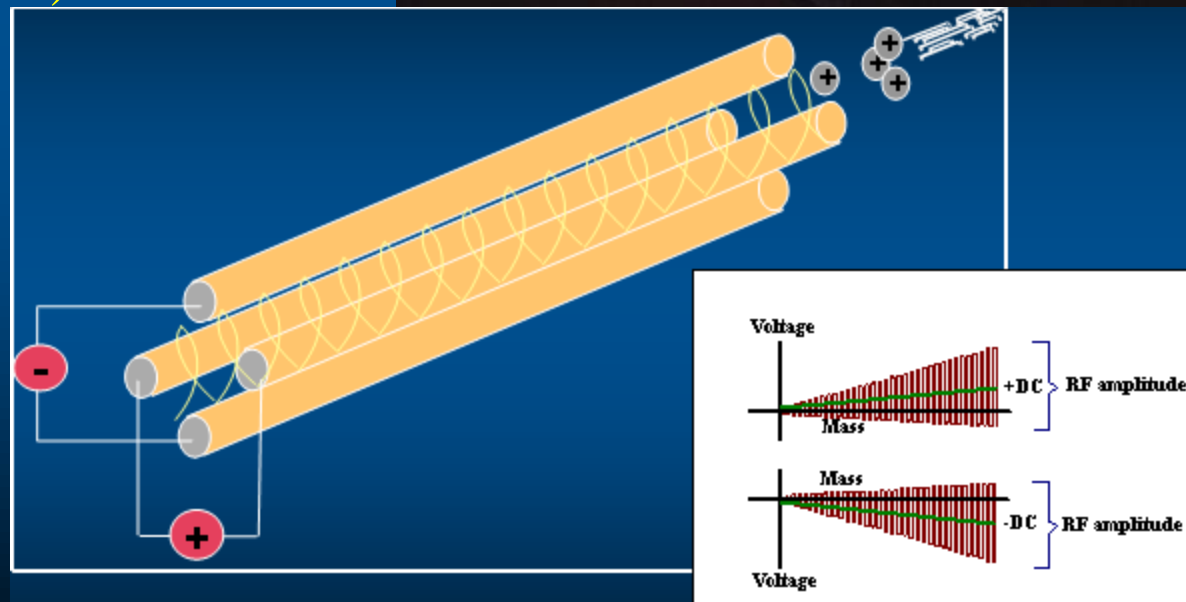
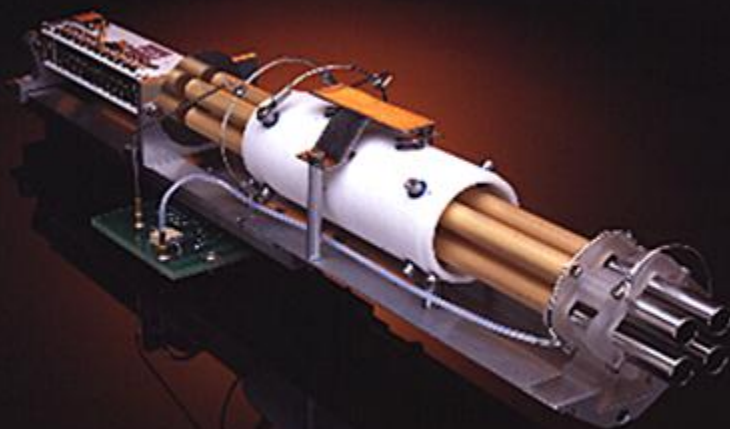


➤ 1.2.5 质量分析系统 (Mass Analyzer)

主要功能：让一种特定的元素离子与其它离子分离

加在四极杆上的电场仅允许一种质量(m/z)在一个时间内通过(许多离子进入,仅一种离子通过)

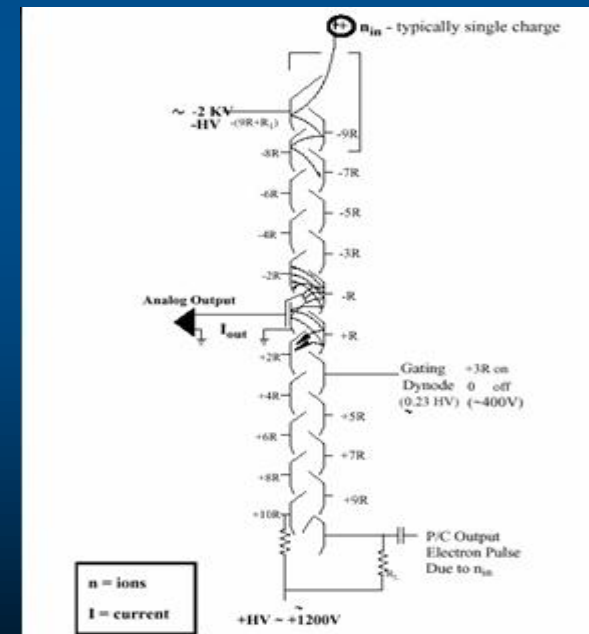
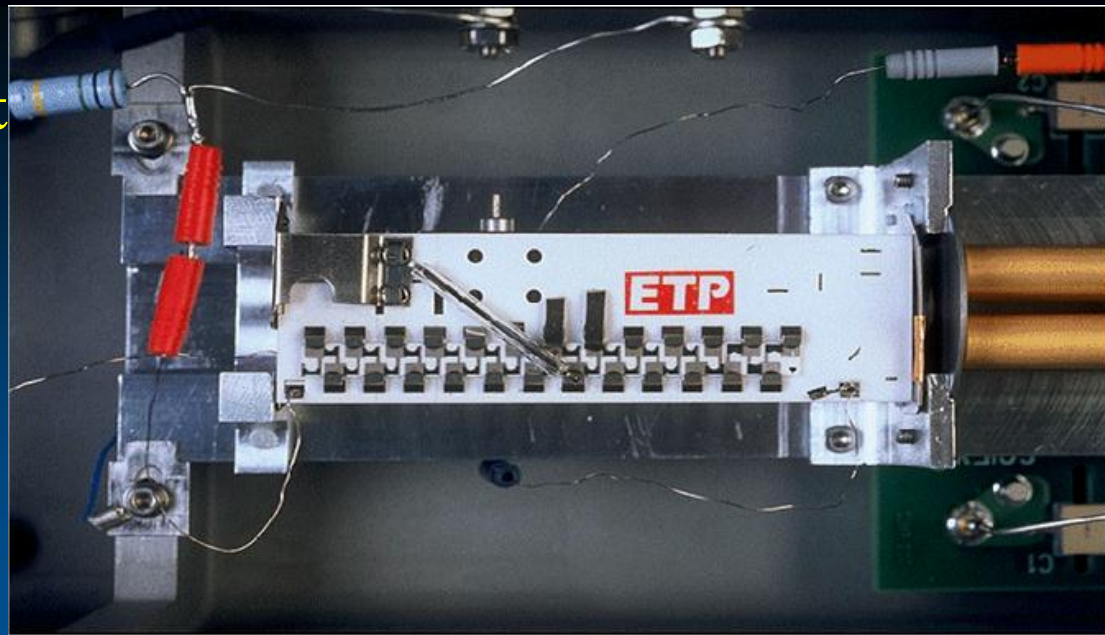
四极杆仅属于质量过滤器一种类型



➤ 1.2.6 检测器 (Ion Detector)

主要功能：对来自质量过滤器的离子进行记数

离开质量过滤器的离子到达检测器后,与检测器发生碰撞产生电子流放大后被检测



➤ 1.2.7 真空系统 (Vacuum System)

主要功能：保证质谱系统高真空，
保持接口系统真空

质谱系统真空和接口部分真空系
统是两套独立的系统



二、ICP-MS 分析性能优点

- 快速多元素同时分析
- 测试元素种类多
- 检出限低
- 动态线性范围宽
- 谱线干扰少

三、样品分析

➤ 3.1 样品前处理

不锈钢套封闭消解：通过不锈钢外胆固定，聚四氟乙烯内胆密封，在烘箱里190℃保温。根据样品属性和消解能力，保温时间一般12~48小时。冷却、泄压后，再置于控温电热板赶酸；然后加入内标、硝酸和超纯水，将消解罐密封放入烘箱，140℃提取4小时，取出稀释后待测

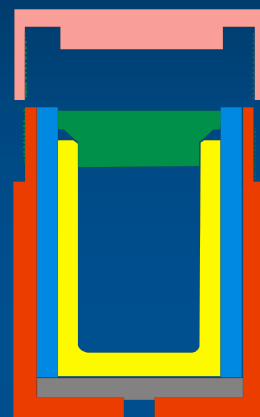


➤ 3.2 分析步骤



50 mg 样品 + 1ml
HNO₃、0.5-1ml HF

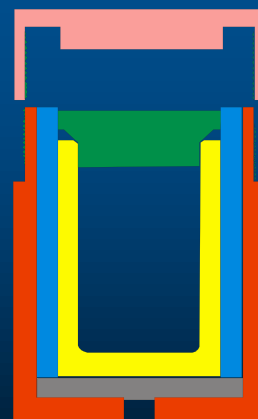
密封, 190° C 分解 12 - 48 h



取出, 蒸干

加入内标Rh, 1 ml HNO₃

4-5 ml 水, 密封、140° C、
5h 溶解残渣



稀释、待测

四、分析方法要点

➤ 4.1 基体效应

基体 (TDS, total dissolved solid) : 溶液中的主要元素

- (1) 使锥孔变小。
- (2) 电离消耗能量—影响离子化率。
同样浓度元素—基体浓度大—强度低—信号强度降低较快。
- (3) 地质样品稀释倍数2000倍 (0.5mg/ml), 基体效应较小。

➤ 4.2 内标的选择

内标：控制仪器漂移；减少基体效应

(1) 内标元素在样品中含量极低，可以忽略不计，这样每个样品中内标含量可视为加入的内标量。

(2) 内标最好在实验开始就加入，特别是对于有分离富集步骤的实验（要求内标与待测元素回收率一致），这样实验过程中的损失不影响结果，并且转移溶液时不用清洗和定容，节约了很多时间，因为测定的元素和内标比值不变。

➤ 4.2 内标的选择（续）

- (3) 可作为内标的元素一般有：**Rh, Cd, In, Re, Tl**等，这些元素在地质样品中含量一般都比较低。但也有例外，例如样品中**Sr, Pb**含量高时（**X%**沉积碳酸盐，铅锌矿）会干扰**Rh**，使结果产生很大误差。选择内标时要视具体情况而定。地质样品中中高质量（**>100**）可供选择的内标较多。**<100**质量的内标较难选择，对植物，环境样品**Sc**是一个选择。
- (4) 特殊情况下可用同位素稀释剂作为内标（**<100**质量数元素，**PGE**）。

➤ 4.3 采用内标时结果的计算

样品结果计算最好采用绝对浓度计算，即标准和内标均采用ng，而不是传统的ng/ml，这样待测元素的结果就是ng，与体积没有关系，也就是可以不定容，并且可以在一定范围内随便稀释而不影响结果。具体公式为：

$$C=(I_{sa}*C_{st}*I_{sti}*C_{sai})/(W*I_{st}*I_{sai}*C_{sti})$$

C 是结果浓度(ng/g); I_{sa} 为待测元素强度; C_{st} 是标准溶液浓度(ng); I_{sti} 为内标在标准溶液中强度; C_{sai} 为内标在样品溶液中浓度(ng); I_{st} 为待测元素在标准溶液中强度; I_{sai} 为内标元素在样品溶液中强度; C_{sti} 是标准溶液中内标浓度 (ng) , W 是取样量 (g).

➤ 4.4 空白及标准漂移

- (1) 仪器空白严重影响样品数据质量
- (2) 仪器空白在测定过程中会漂移，一般来说在开始测定时空白强度高，因此对于低含量样品经常会出现负值。
- (3) 各元素在测定过程中漂移程度可能不一样。
- (4) 解决办法：经常监控空白及标准

➤ 4.5 标准溶液

(1) 单点标准溶液

(2) 多点标准溶液

(3) 基体（一个标样）+ 标准溶液（扣除基体效应；适合样品的浓度范围）