

Определение расхода гелия в ячейке устранения фона на масс-спектрметре NexION 300D для определения V, Cr, As

И.С. Мазурова

Научный руководитель – к.г.м.н, доцент А.А. Хвачевская

Томский политехнический университет

634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, irinamazurova@inbox.ru

Метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) очень востребован для анализа широкого круга объектов в различных научных областях, в том числе и в геохимии для анализа вод с различной матрицей [1].

Основным затруднением при проведении рутинных измерений методом ИСП-МС являются спектральные интерференции, связанные с образованием полиатомных ионов в плазме, влияющие на предел обнаружения ряда элементов. Так, например, в хлоридно-натриевых водах из-за полиатомных наложений завышенные пределы обнаружения не позволяют определять низкие фоновые значения таких элементов как ванадий, хром и мышьяк [2].

Один из приемов устранения полиатомных интерференций является применение процесса уменьшения кинетической энергии ионов, реализуемого КЕД-режимом (kinetic energy discrimination) в столкновительной ячейке. Устранение наложений основано на том, что ионы,

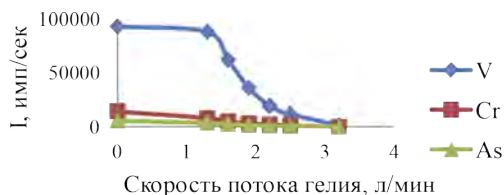


Рис. 1. Зависимость аналитического сигнала V, Cr, As в рабочем растворе при $C = 0,1$ мкг/дм³ от скорости потока гелия

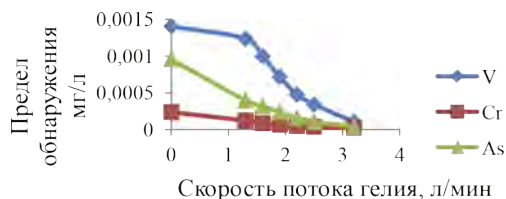


Рис. 2. Зависимость пределов обнаружения V, Cr, As от скорости потока гелия

сталкиваясь с инертным газом (гелием) теряют кинетическую энергию, причем объемные полиатомные ионы часто сталкиваются с гелием и не могут преодолеть потенциальный барьер на выходе из ячейки, по сравнению с ионами определяемого элемента [3]. Недостатком данного приема является снижение аналитического сигнала (интенсивности) для всех определяемых элементов.

Цель работы определение оптимальной скорости потока гелия для устранения полиатомных интерференций ванадия, хрома и мышьяка и снижения их предела обнаружения.

Исследование проводили на масс-спектрометре с индуктивно-связанной плазмой NexION 300D (PerkinElmer, США), при следующих рабочих параметрах: мощность плазмы 1150 W, распыляющий поток аргона 0,89 л/мин.

В качестве объекта исследования использовался раствор Cr, As, V с концентрацией 0,1 мкг/дм³ в присутствии хлорид ионов на уровне 500 мг/дм³. Расход гелия изменяли от 1,3 до 3,5 л/мин.

В ходе работы было установлено, что с увеличением скорости потока гелия интенсивность изучаемых элементов снижается (рис. 1), но предел обнаружения этих элементов уменьшаются по сравнению с таковым без применения KED-режима. При этом для мышьяка предел обнаружения снизился в 25 раз, а для ванадия и хрома на порядок (рис. 2).

Но, несмотря на то, что максимальное снижение предела обнаружения для всех изучаемых элементов отмечается при скорости потока гелия 3,2 л/мин, интенсивность при этом наблюдается наименьшая.

Таким образом, для повышения чувствительности определения Cr, As, V методом ИСП-МС на уровне 0,1 мкг/л целесообразно использование KED-режима с рабочими параметрами скорости потока инертного газа (гелия) от 2,2 до 2,5 л/мин.

Список литературы

1. Лейкин А.Ю., Якимович П.В. // Аналитическая химия. Журн. аналит. химии, 2012.– Т.67.– №8.– С.1–5.
2. D'Ilio S., Violante N., Majorani C. // Analytica Chimica Acta, 2011.– Vol.698.– №1–2.– P.6–13.
1. Kadar A., Noël L. // Talanta, 2011.– Vol.85.– №5.– P.2605–2613.