

Kovy vzácných zemin (REE) jako analyt nebo interferent při analýze pomocí ICPMS SQ vs. ICPMS QQQ

Přednášející:

Tomáš Fojtík

Servisní a aplikační specialista - atomová spektrometrie
(ICP-MS, ICP-OES, MP-AES, AAS, Savillex, Mikrovlnné rozklady)



Úvod do problematiky analýzy REE

- REE = 15 Lantanoidů (La-Lu)
+ Sc, Y – podobné fyzikálně chemické vlastnosti

Eu, Tb, Y - televizní obrazovky

La – čočky kamer a teleskopů

Pr – magnety, motory letadel

Obraný průmysl, energetika, další průmyslové aplikace



Zdroj: Wikipedia.com

A periodic table of elements with the following elements highlighted in a red box: Scandium (Sc), Yttrium (Y), and the lanthanide series (La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu). The lanthanide series is shown as a separate row below the main table. The table also includes the names of two analytical instruments: Shimadzu 7800/7900 ICP-MS and Agilent 8900 ICP-QQQ.

- Zvyšující se používání v průmyslovém odvětví
 - vyšší tlak na čistotu – analýza nečistot
 - monitorování dopadu na životní prostředí



Výzvy při analýze REE na ICPMS

REE – jako analyzovaný kov

- Snadno tvoří oxidické molekuly, nižší REE také hydridy a hydroxidy
- Nízký II. Ionizační potenciál – snadná tvorba M^{++}



REE – jako matriční interferent

- 2x nabitá částice se při průletu kvadrupólem chová jako částice o poloviční hmotě (separace podle poměru (m/z))

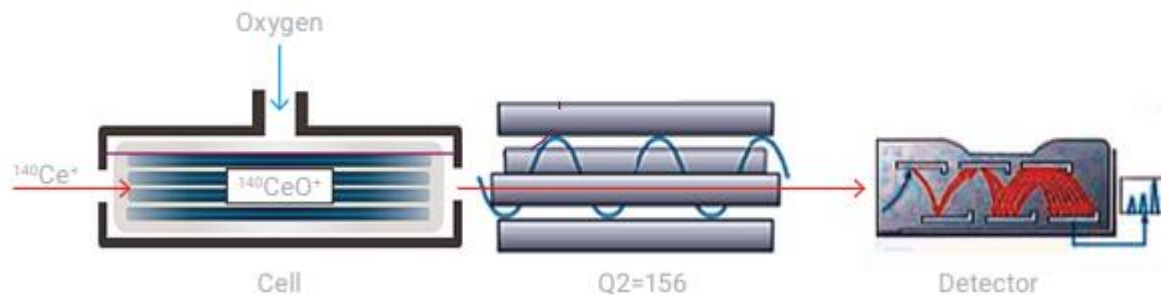
Prvek	Hmoty	Interferent
Sm	150.4	CeO
Eu	152	BaO
Gd	157.3	PrO, CeO, NdO
Tb	158.9	PrO, NdO
Dy	162.5	NdO, SmO
Ho	164.9	SmO
Er	167.3	NdO, SmO
Tm	168.9	EuO
Yb	173.1	DyO, GdO
Lu	175	GdO, TbO

Prvek	Hmoty	Interferent
Ga	69; 71	$La^{++}, Pr^{++}, Ce^{++}$
Ge	70; 72	Sm^{++}, Nd^{++}
As	75	$Sm^{++}, Nd^{++}, Eu^{++}$
Se	78; 82	$Er^{++}, Ho^{++}, Dy^{++}$
Rb	85; 87	$Yb^{++}, Er^{++}, Yb^{++}$
Sr	88	Yb^{++}, Lu^{++}



Možnosti analýzy REE na ICPMS

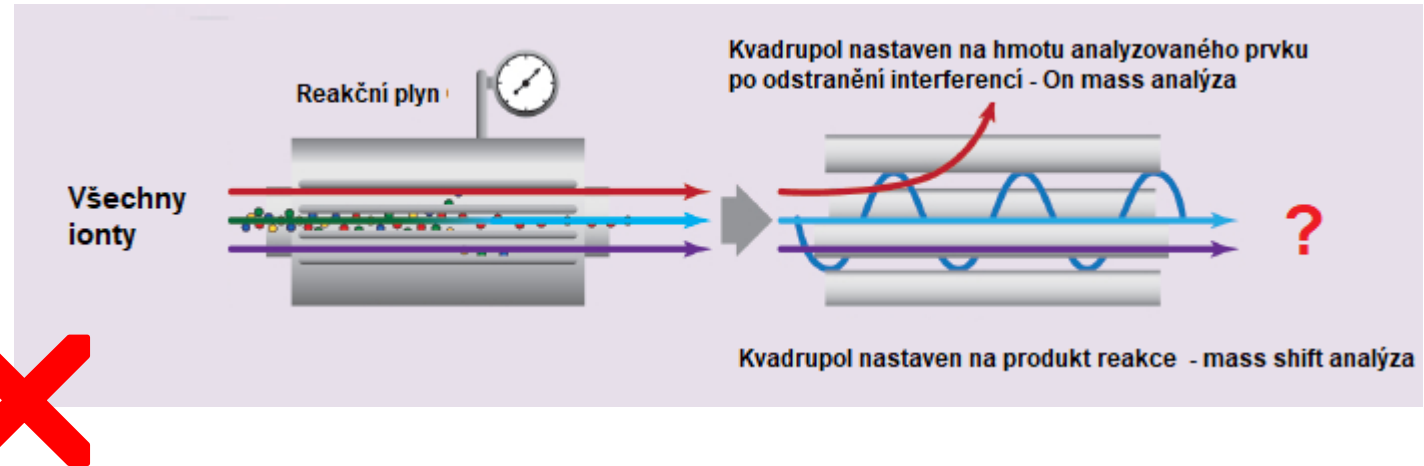
- REE tvoří jednu z nejpevnějších vazeb Kov-Oxid
 - Její destrukce za použití kolizního módu SQ ICPMS je problematická
 - Pomocí ICPMS SQ je náročné dosáhnout požadovaných LOD <1 ppt pro všechny kovy vzácných zemin
- **Nutno použít reakční mód kolizně reakční cely ICPMS**
 - částice vstupující do kolizně reakční cely reagují s O₂, H₂, NH₃ za vzniku nových molekulových iontů prostých interferencí



Reakční mód ICPMS SQ vs ICPMS QQQ

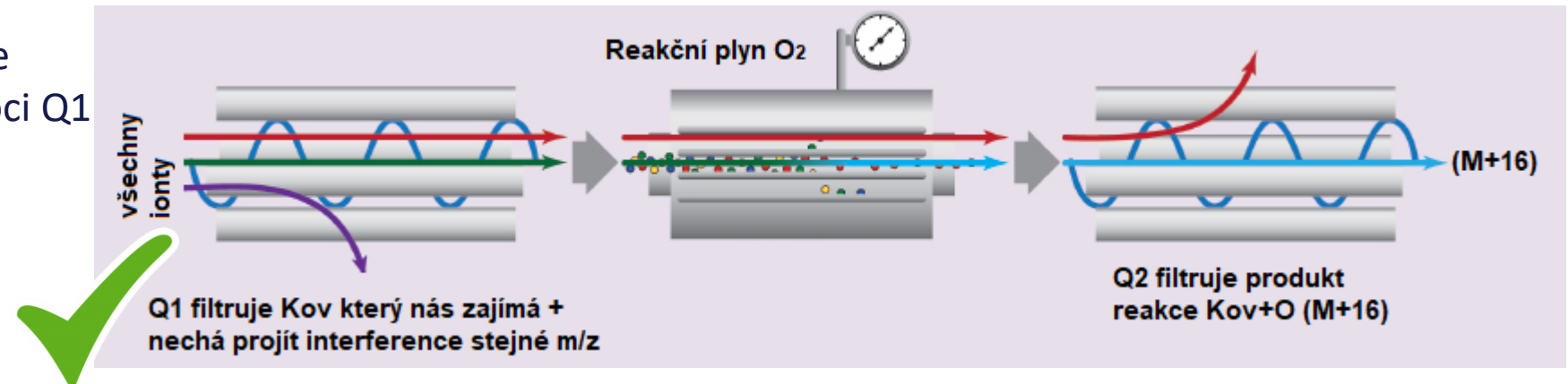
- Použití ICPMS SQ

- Vstup částic do kolizní cely není kontrolován
 - Mohou reagovat všechny atomové i molekulové ionty



- Použití ICPMS QQQ

- Kontrolovaná reakce pouze iontů filtrovaných za pomoci Q1

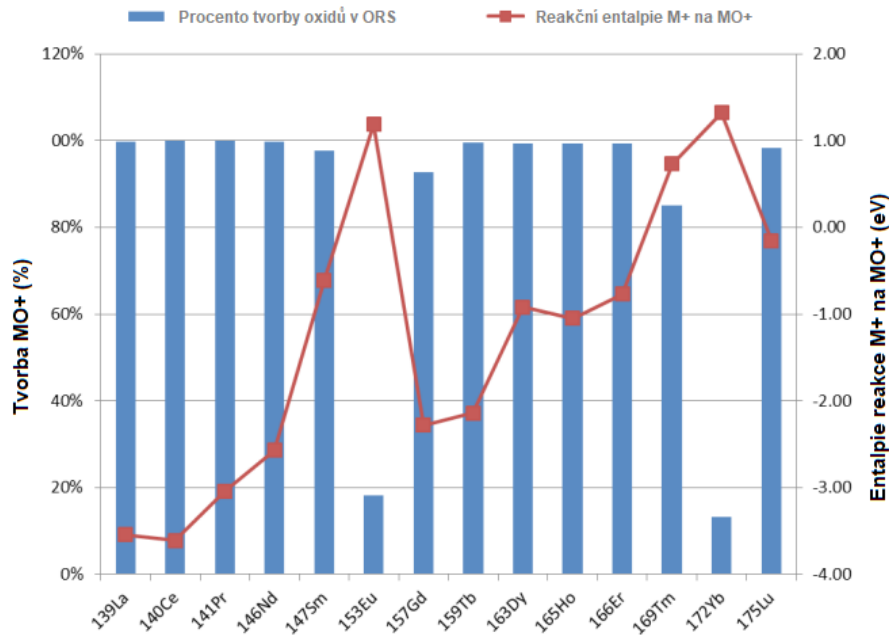


Reakční mód ICPMS QQQ

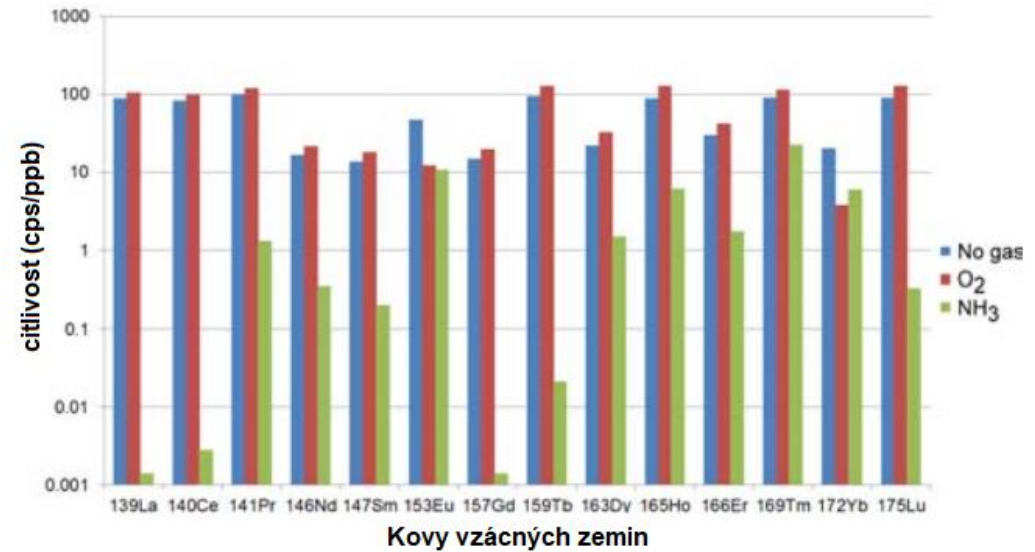
O₂ reakční mód (mass shift)

REE-O⁺ málo reaktivní **X** REE⁺ velmi reaktivní
157PrO⁺ **157Gd⁺**

- pro Eu a Yb je reakce M⁺ **→** MO⁺ endotermní
 - tvorba oxidů Eu a Yb mnohem méně efektivní (10-20%)



NH₃ reakční mód (on mass) – odstranění interferencí
 - funkční ale příliš reaktivní – při odstranění oxidických interferencí reagují i ionty samotných kovů – zejména **La, Ce, Nd, Sm, Gd, Tb, Lu** **→** **nedostatečné detekční limity**



O₂ reakční mód (mass shift) vs N₂O reakční mód (mass shift)

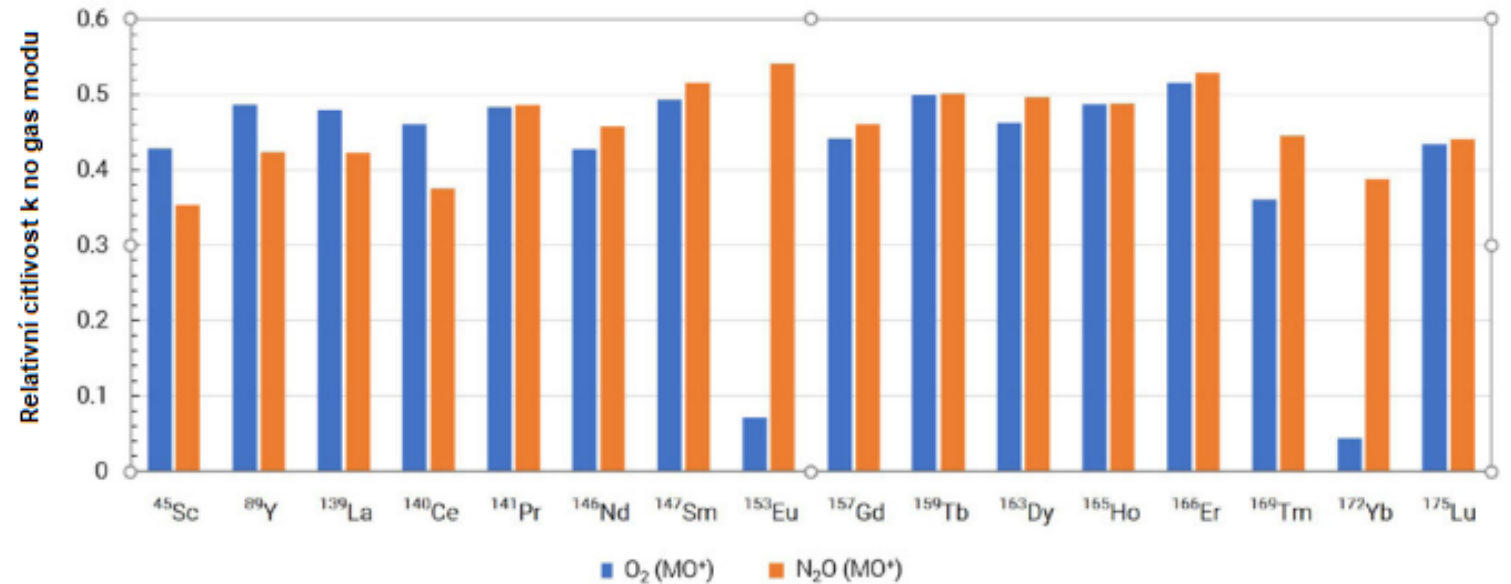
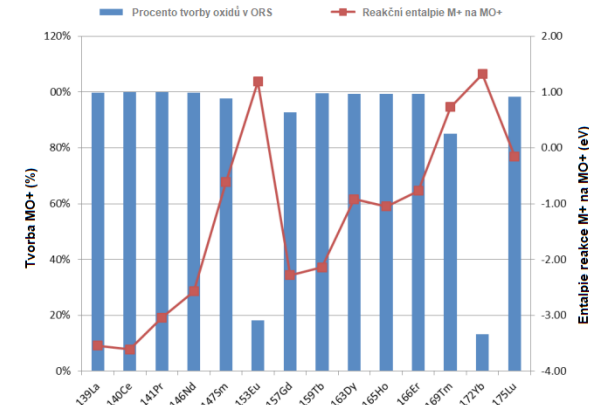
Analýza REE v povrchových vodách

- předpokládané interference BaO⁺ na Eu⁺, BaH⁺ na La⁺, nebo oxidy nízkých kovů vzácných zemin interferující na vyšších REE
- dosažení lepších LOD pro Eu a Yb než v O₂ reakčním módu

- použití N₂O jako reakčního plynu
 $REE^+ + N_2O \rightarrow REEO^+ + N_2$

exotermická reakce pro všechny REE

očekávána velmi dobrá citlivost i pro Eu a Yb



REE jako interferent na ICPMS

- 2x nabitá částice se při průletu kvadrupólem chová jako částice o poloviční hmotě (separace podle poměru m/z)

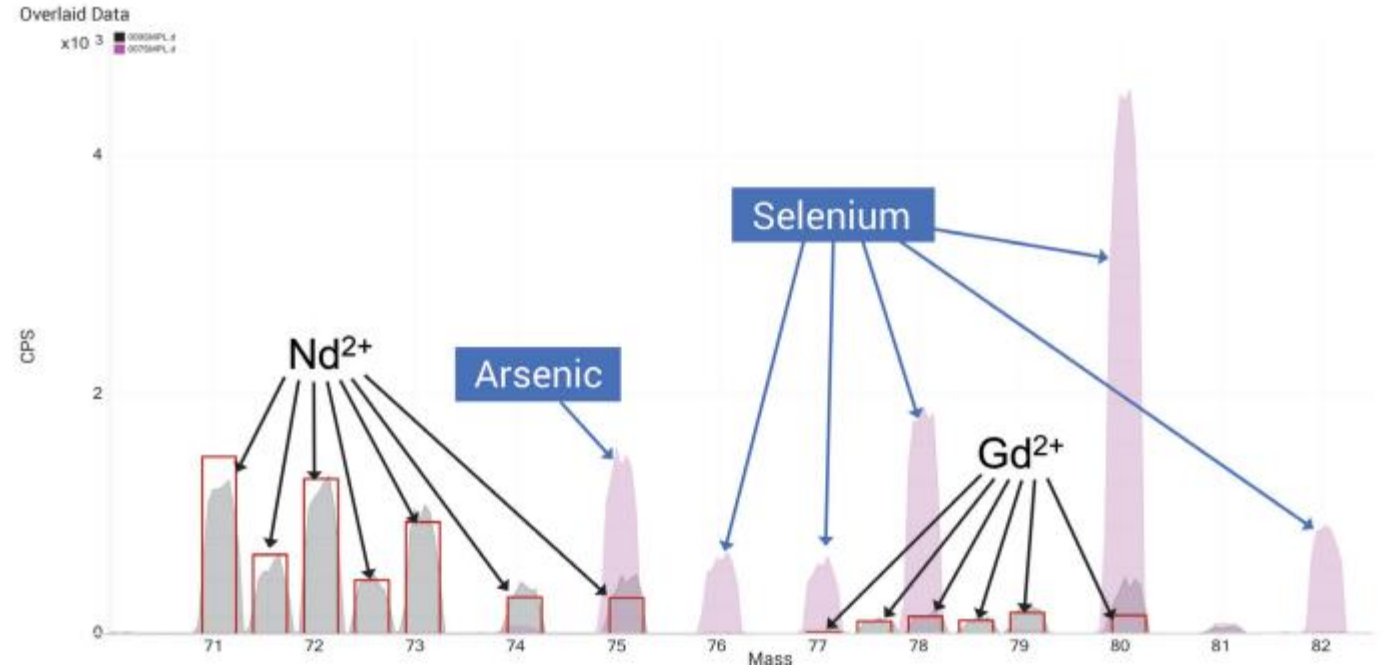
- Řešení nabízí jak ICPMS SQ, tak ICPMS QQQ



Analýza s vyšším rozlišením kvadrupólu na úrovni 0.5 amu

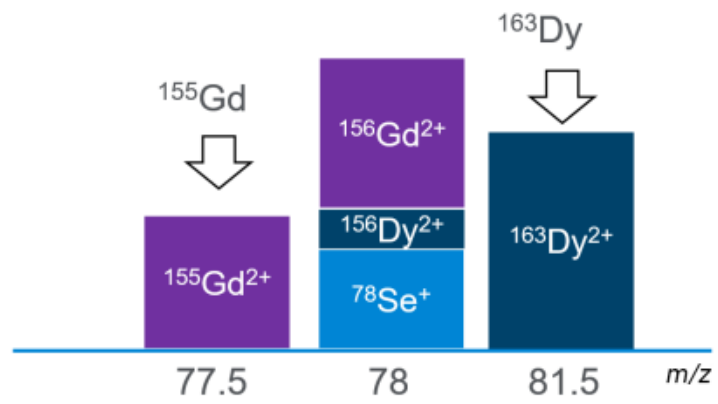


Použití O2 reakčního módu a kvantifikace produktu reakce s kyslíkem

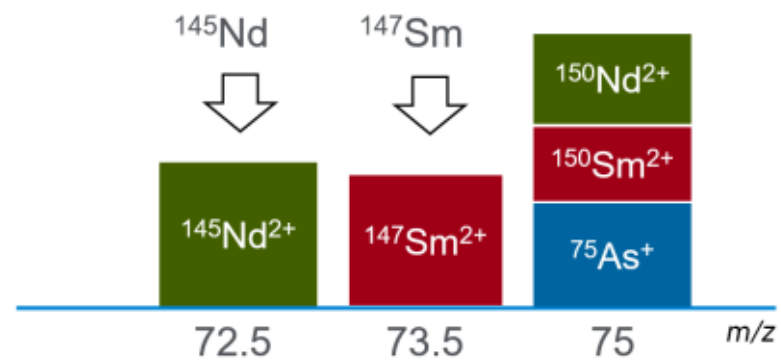


Odstranění REE interferencí na ICPMS SQ

- Interferenci dvojně nabitých iontů nelze odstranit kolizí s He v kolizně reakční cele
- - interakce (M⁺) a (M⁺⁺) iontů jsou vůči He stejné
- ICPMS SQ - nastavení a naladění metody s rozlišením kvadrupolu 0.5 amu
 - standardní funkce pro ICPMS Agilent
 - možno využít funkce automatického nastavení metody pro REE korekci s použitím vyššího rozlišení kvadrupolu



mass	155	156	163
Gd	14.8%	20.47%	
Dy		0.06%	24.9%



mass	145	147	150
Nd	8.3%		5.6%
Sm		14.99%	7.38%

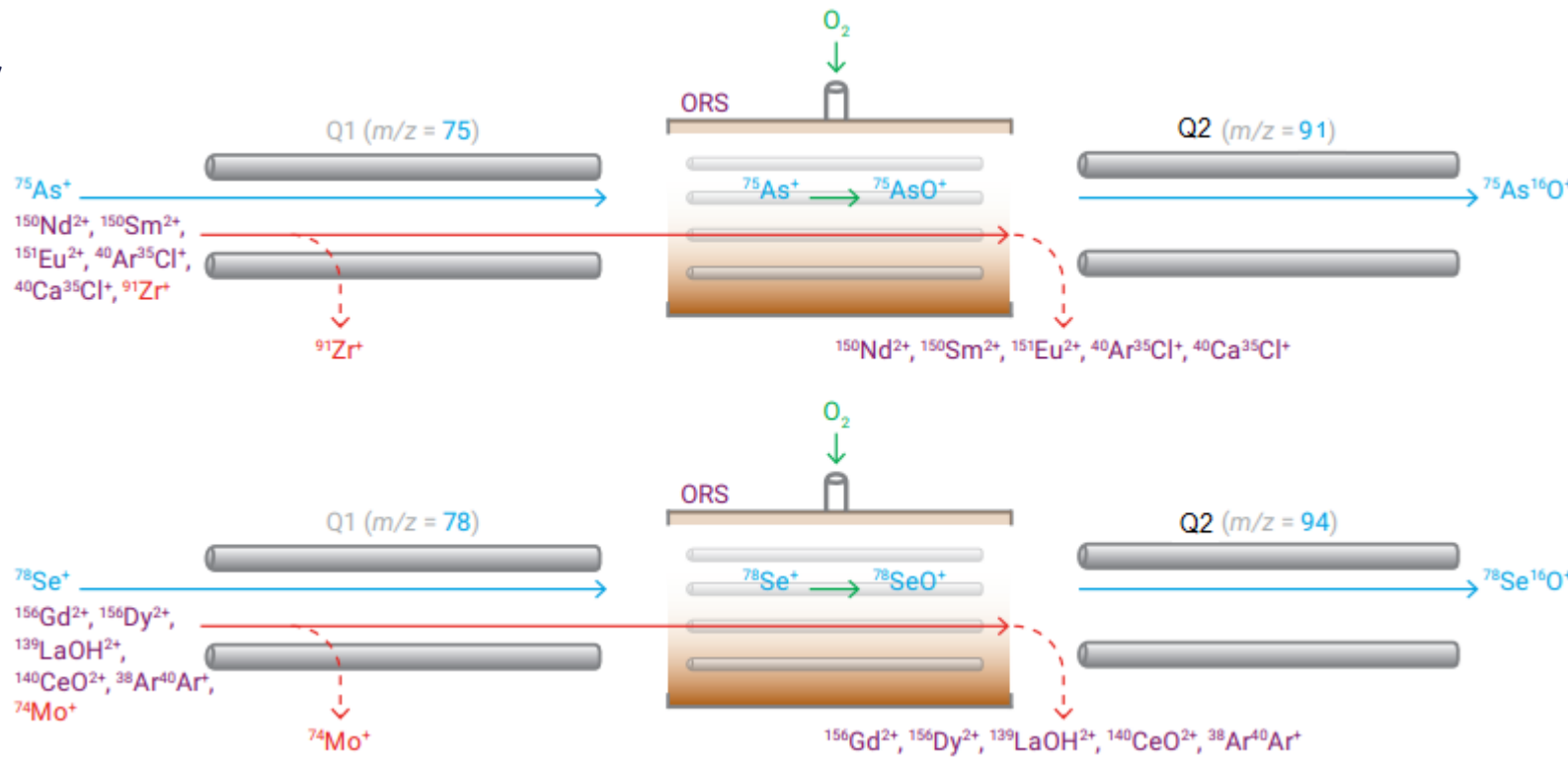
Tune Mode	#1: No Gas	#2: He
Quick Scan	<input type="radio"/>	<input checked="" type="radio"/>
Stabilization Time [sec]	0	5
Resolution	Standard	Narrow Peak

Mass	Element Name	Monitor	+0.5 u	IntegTime /Mass [sec]	+0.5 u	IntegTime /Mass [sec]
66	Zn	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input type="checkbox"/>	1.0000
67		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input checked="" type="checkbox"/>	1.0000
72	Ge	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0.5000	<input checked="" type="checkbox"/>	1.0000
73		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input checked="" type="checkbox"/>	1.0000
75	As	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input type="checkbox"/>	1.0000
77		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input checked="" type="checkbox"/>	3.0000
78	Se	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input type="checkbox"/>	3.0000
81		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	N/A	<input checked="" type="checkbox"/>	3.0000

Odstranění REE interferencí na ICPMS QQQ

- ICPMS QQQ - Použití kyslíkového nebo v

75 As [He] 75 -> 75 As [HEHe]	78 Se [He] 75 -> 91 As [O2]	78 Se [He]	75 -> 91 As [O2]
Conc. [ug/l]	Conc. [ug/l]	Conc. [ug/l]	Conc. [ug/l]
5.288	8.081	81.857	0.033
5.169	8.001	80.692	0.032
5.187	7.945	80.359	0.034



78 -> 78 Se [HEHe]	78 -> 94 Se [O2]	78 -> 94 Se [O...]	80 -> 96 Se [O2...]
Conc. [ug/l]	Conc. [ug/l]	Conc. [ug/l]	Conc. [ug/l]
56.034	8.556	8.523	8.572
55.504	8.602	8.698	8.737
54.721	8.734	8.682	8.730



Detajlnější informace

www. hpst.cz

www. agilent.com



Produkty Servis Služby Novinky/Události Blog O nás Kontakty Eshop Hledat Q Přihlášení/Registrace

ICP-MS - Hmotnostní spektrometry s indukčně vázaným plazmatem

Sledujte novinky!
[ICP-QQQ Applications Handbook](#)



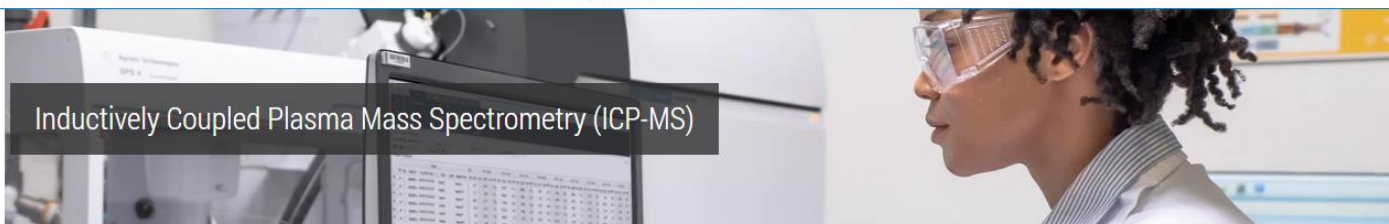
Agilent Trusted Answers

ABOUT AGILENT CONTACT US UNITED STATES ACCOUNT

All SEARCH

PRODUCTS APPLICATIONS & INDUSTRIES TRAINING & EVENTS SERVICES SUPPORT & RESOURCES ORDER CENTER

Home > Products > Atomic Spectroscopy > Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)



Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

Know Your Results Will Be Accurate at All Levels, Whatever the Sample Type

Agilent ICP-MS is available in single quadrupole and triple quadrupole configurations. Our single quadrupole ICP-MS address the range of typical ICP-MS measurements from routine, regulated analysis to advanced research and demanding applications. Our triple quadrupole ICP-MS will give you the confidence of knowing you can resolve problematic interferences – even in your most difficult samples – delivering results you know you can trust.

Learning Tools

- ICP-MS Frequently Asked Questions
- Product Selector Tool
- Applications News Hub
- ICP-QQQ Compendium
- Atomic Spectroscopy Webinars
- ICP-MS Resource Hub



Autorizovaný distributor
Agilent Technologies



Tomáš Fojtík
Servisní a aplikační specialista - atomová spektrometrie
(ICP-MS, ICP-OES, MP-AES, AAS, Savillex, Mikrovlnné rozklady)



www.hpst.cz

