

Element GD Plus 辉光放电质谱仪技术说明书

Element GD Plus 是辉光放电离子源与高分辨质谱仪的结合，是直接分析固体材料的最佳工具。几乎所有在固体样品中出现的元素包括碳、氧和氮都可被检测和定量。许多元素可低至 ppt(十亿分之一)水平。相比于湿法分析，固体样品的直接分析技术可避免前处理过程带来的沾污风险。XRF、GD-OES 等技术仅能对含量在 ppm 级以上的元素进行检测，对于 5N（杂质总含量低于 10 ppm）或者更高纯度的金属的检测效果不理想。相比之下，具有高灵敏度、高分辨率的扇形磁场高分辨辉光放电质谱仪（GD-MS）可达到 ppt 级的检出能力，是进行高纯金属、高温合金、镀层成分分析的最佳工具。



可分析固体材料中痕量和超痕量元素，能够对样品中从锂到铀、从基体到超痕量级杂质等 70 多种元素进行定量分析，可应用于半导体、高温合金、高纯金属、高纯稀土、特种涂层、绝缘体、粉末等材料领域。用于我国两用物项出口管制清单中涉及的高纯单质、高纯氧化物、分散金属、高温合金、石墨以及其他特殊材料的元素和纯度分析。有效提升实验室两用物项分析鉴别能力。

具体来说，赛默飞 ELEMENT GD PLUS 的主要技术规格参数如下：

一 产品参数

1. 应用范围 适用于导体、半导体、非导体、粉末等材料的分析。
2. 可分析元素含量范围 基体、常量、微量、痕量、超痕量，可准确分析纯度 $\geq 99.999\%$ （按重量计）高纯材料的杂质元素含量，并可测定基体材料主元素含量。
3. 准确度：仪器对国家有证标准物质高纯铟（纯度 $\geq 99.999\%$ ，按重量计）、高纯硅（纯度 $\geq 99.999\%$ ，按重量计）中 Li、Be、B、F、Na、Mg、P、Cl、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Cu、Zn、Ga、Ge、Sn、Se、Br、As、Ag、Ta、W 等杂质元素的检测结果不超过有证标准物质证书量值规定的不确定度范围。
4. 出口管制物项检测能力：可分析纯度 $\geq 99.90\%$ （按重量计）的石墨；可分析纯度 $\geq 99.99\%$ （按重量计）的高纯铋，且对高纯铋中银的检出限 $< 0.001\%$ （按重量计）；
5. 检出限：对于纯度 $\geq 99.9999\%$ （按重量计）的高纯铜，其中硼 $< 1 \mu\text{g/kg}$ 、磷 $< 5 \mu\text{g/kg}$ 、硫 $< 10 \mu\text{g/kg}$ ，碳、氧、氮等气体元素 $< 500 \mu\text{g/kg}$ 。
6. 放电模式：采用连续直流模式和脉冲直流模式，根据测试需要可在软件中一键设置和切换；
7. 工作电压：采用快速流放电，连续直流模式下，典型工作电压 500 V $\sim$ 1400 V，典型工作电流从几 mA $\sim$ 70 mA，最高可达 100mA。在采用脉冲直流模式时，典型工作电流从 5mA $\sim$ 30 mA。
8. 辉光池：采用高纯石墨材料制成，可循环使用。采用成熟的快速流辉光放电原理，实现样品的快速和高精度测试。
9. 进样系统：独立样品架的针状和片状进样系统，可直接分析块、棒、颗粒、粉、丝等不同形状样品。
10. 辉光池体及样品冷却：设备采用半导体制冷，可分析低熔点样品（如金属镓和铟）。
11. 接口及透镜：高纯石墨材料，易于更换。连接件等耗材耐用性较好，可长时间重复使用，具备良好的经济性。
12. 隔离系统：离子源和分析器均配有气动隔离阀，真空系统全保护。

13. 真空度：工作状态下真空度：采用快速流模式，离子源工作真空度 1~10 mbar；所有真空系统均独立控制，实时检测系统真空度。
14. 质量分析器：采用反向结构的静电场和扇形磁场双聚焦质量分析器，提高质量分辨率及丰度灵敏度，磁场稳定。
15. 磁铁控温方式：采用循环冷却水器控温
16. 分辨率：三档可调，低分辨率 ≥ 300 ，中分辨率 ≥ 4000 ，高分辨率 ≥ 7500 ，最大分辨率 ≥ 10000 ，单次测量可自动进行分辨率切换，分辨率切换时间 $< 1s$ 。
17. 狭缝控制方式：狭缝切换由软件自动控制
18. 分辨率切换：单次分析可快速切换分辨率，满足 GB/T 36590-2018、YS/T 981.1-2024 等标准方法对分辨率的要求。
19. 质量数 (m/z) 范围：2~260
20. 检测系统：采用电子倍增器模式和法拉第杯模式以及模拟模式的三种检测系统，可在三种检测模式之间自动选择、自动切换，并自动交叉校正，线性动态范围 $> 10^{12}$ ，可同时测定基体元素 (%)、痕量元素 (mg/kg)、超痕量元素 ($\mu g/kg$)。
21. 法拉第杯：法拉第杯采用完全屏蔽的深杯结构，配置有不同增益的前置放大器，可由计算机进行实时快速切换。法拉第杯前置放大器线性动态范围为 0~50V，且放置在抽真空的恒温腔室中，确保增益的长期稳定性。且设计了抑制电极，对二次电子进行有效抑制，二次电子倍增器暗噪声 < 0.2 cps。
22. 本底：带有能量阻滞透镜，可进一步降低仪器的噪声本底，提高仪器的丰度灵敏度。
23. 数据采集和仪器控制系统：包括仪器控制软件，数据采集和报告软件，支持远程控制与诊断等。
24. 真空系统：由机械泵、分子泵等组成多级真空系统，质量分析器与离子源腔室间配置差分抽气模块，确保分析器最优的真空条件和最小的干扰。离子源和分析器均配有气动隔离阀，自动联锁保护系统具备自动启、停、意外保护等控制功能，可实现真空系统全保护。
25. 真空规：多个位置配有真空规，所有真空系统均独立控制，计算机自动读取各部分真空

数据并实时监测指示，可实现实时检测系统真空度。

26. 真空度：快速流模式，操作之前离子源腔室中的最终背景压力 $<10\text{ mbar}$ 。运行期间，质量分析仪中的背景压力 $<1\times 10^{-6}\text{ mbar}$ 。通过由机械泵、分子泵等组成的多级真空系统，可实现辉光放电室在样品载入后 15 秒内将真空抽到可稳定放电真空；卸掉真空后重新启动质谱分析区，在 8 小时内真空可抽到 $\leq 1\times 10^{-6}\text{ mbar}$ 。

27. 仪器控制系统：仪器控制系统包括仪器控制软件，可控制质谱分析器和辉光放电离子源参数、进行方法编辑、实现部分和全部数据存取等。

28. 数据处理分析软件：数据处理分析软件，能够脱机独立运行，自带标准相对灵敏度因子(RSF)数据库，进行自动定性/半定量分析、识别谱峰、去除干扰峰，支持原始数据导入/导出等。

29. 硬件配置 仪器数据处理硬件配置完全能满足数据采集和处理的需求，并能满足仪器软件升级需要。

30. 灵敏度 中分辨($R\geq 4000$)下，片状铜进样，铜的总离子流峰高 $\geq 10^{10}\text{cps}$ ($1.6\times 10^{-9}\text{ A}$)
背景 平均基线信号在没有离子流信号的质量数处，比如在 $220\text{ amu}<0.2\text{ cps}$ 。

31. 动态范围 $\geq 10^{12}$ 的线性范围，增益自动交叉校准。

32. 质量稳定性 $\leq 25\text{ ppm/8hour}$;

33. 扫描速度 扫描速度(磁场): m/z 从低质量数 7 到高质量数 238 再返回,扫描时间 $<150\text{ms}$ 。

34. 丰度灵敏度 用 Cu 基体，中分辨率模式下，分辨率 ≥ 4000 ，测量质量数 62 相对质量数 63 的丰度灵敏度 $<15\text{ ppb}$ 。

35. 受干扰元素检出限 Cu 基体(纯度 $\geq 99.999\%$)中 $Rh<50\text{ }\mu\text{g/kg}$; Al 基体(纯度 $\geq 99.999\%$)中 $Rh<50\text{ }\mu\text{g/kg}$ 。

36. 内部重复性 测定一个主量成分(大约 $10\%\sim 50\%$)，一个次量成分(大约 0.1%)，一个痕量成分(大约 $1\sim 10\text{ mg/kg}$)，对载入的样品连续重复 10 次测定，计算相对标准偏差(RSD)：主量成分 $RSD<3\%$ ，次量成分 $RSD<5\%$ ，痕量成分 $RSD<10\%$ 。

37. 外部重复性 对同一样品重复测量，每次测量均应包含测量条件的选择和样品载入的全过程。重复 10 次测定，计算相对标准偏差（RSD）：主量成分 $RSD < 5\%$ ，次量成分 $RSD < 10\%$ ，痕量成分 $RSD < 20\%$ 。

38. 特殊应用能力 可分析导体、半导体和非导体样品；可分析低熔点金属镓和铟；具备镀层分析能力，可以对镀膜材料（包括导体、半导体及非导体）、特种材料表面的涂层（或者镀层）中的杂质元素浓度及分布的深度进行分析。涂层（或者镀层）样品空间分辨率从 nm 级至 μm 级；

39. 记忆效应 连续测量高纯铜标准物质 30 min 后，更换铜含量低于 0.1 mg/kg 的高纯硅标准物质，测量其中的铜元素含量，平行测量 6 次的平均值与高纯铜量值的比值 $\leq 1 \times 10^{-6}$ 。