应用说明 **002** | 中文译本

钽样品碳、氮、氧响应重复性

采用 GD90TraceRF 进行六次连续直流辉光放电质谱分析

6	DC	3.82-5.29%
连续分析次数	放电模式	C / N / O 相对标准偏差范围

采用 GD90TraceRF 对钽样品进行六次连续直流辉光放电质谱（DC-GDMS）分析，评价碳、氮、氧响应的重复性。碳、氮、氧的平均响应分别为 1.04 ppm、2.01 ppm 和 2.20 ppm，相应的 RSD 分别为 3.82%、5.29% 和 4.78%，表征了该测量序列内低 ppm 水平响应的一致性。

引言

评价低水平的碳、氮、氧响应，需要同时考虑响应大小及其重复性。连续测量能够展示各元素响应在分析序列中的变化，并为比较规定方法下的运行一致性提供依据。

本应用说明介绍了采用直流激发对钽样品进行的六次分析研究。结合各次采集结果，对平均响应、样本标准偏差和相对标准偏差进行综合评价。在同一序列内监测这三种元素，可以直接比较其绝对变化与相对变化。

仪器与实验

采用 GD90TraceRF 在直流模式下分析钽样品，使用的相对灵敏度因子（RSF）文件为 DefaultRSF.csv。样品编号为 Ta，实验名称为 TestCNO_Ta。评价了六次连续采集，每次分析所报告的运行时长字段均为 00:56。分析信息汇总于表 1。

表 **1.** 钽样品 **C**、**N**、**O** 连续测量的分析方法。

参数	条件
样品 / 样品编号	钽 / Ta
实验名称	TestCNO_Ta
放电模式	直流（DC）
RSF 文件	DefaultRSF.csv
采集次数	6
所报告的运行时长字段	每次分析均为 00:56

参数	条件
报告量	基于 RSF 的元素响应，单位 ppm

结果基于 DefaultRSF.csv 处理，以 ppm 表示，反映样品与背景的综合响应。

结果与重复性

六次采集结果及计算统计量列于表 2。采用全部六次分析计算平均响应和样本标准偏差，标准偏差的分母为 n − 1。相对标准偏差表示为 100 × 样本标准偏差 / 均值。

表 2. 六次连续分析的 C、N、O 响应及其重复性统计量。

测次／统计量	C (ppm)*	N (ppm)*	O (ppm)*
1	1.0949	2.1385	2.0736
2	1.0696	2.0987	2.2468
3	1.0688	1.9290	2.1123
4	1.0099	1.8843	2.3580
5	1.0050	2.0849	2.2513
6	1.0068	1.9434	2.1576
均值（ppm）	1.0425	2.0131	2.1999
样本标准偏差（ppm）	0.0398	0.1065	0.1051
相对标准偏差（%）	3.8166	5.2910	4.7784

*RSD 行以百分比表示。统计量在显示数值修约前计算。

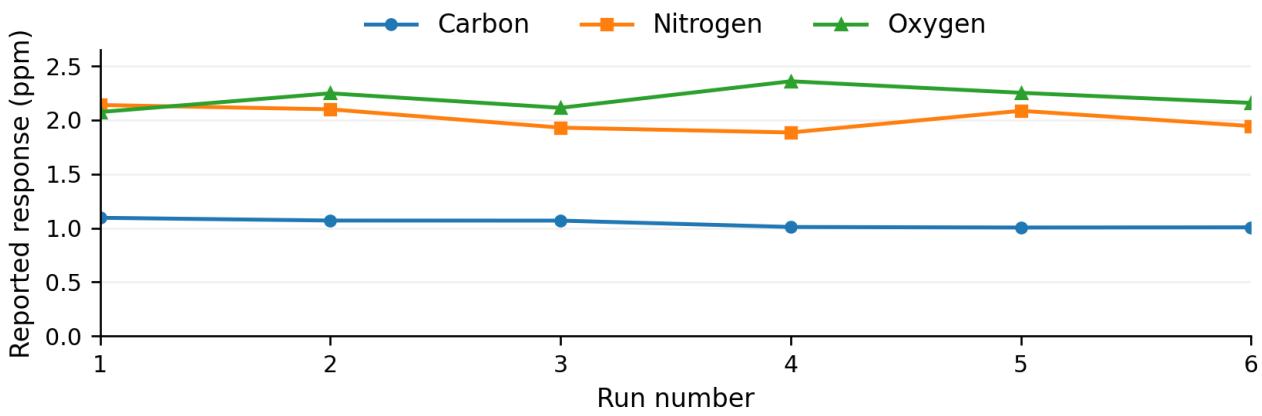


图 1. 钽样品六次分析序列中的 C、N、O 响应。连线表示采集顺序。

图中术语：Run number＝测次序号；Reported response (ppm)＝报告响应（ppm）；Carbon／Nitrogen／Oxygen＝碳／氮／氧。

各元素的响应行为

碳的相对变化最小，RSD 为 3.82%，响应范围为 1.0050–1.0949 ppm。前三次响应高于后三次，末次响应比首次低约 8.05%。因此，图中碳响应在整个序列中总体呈下降趋势。

氮响应范围为 1.8843–2.1385 ppm，RSD 为 5.29%；氧响应范围为 2.0736–2.3580 ppm，RSD 为 4.78%。氮在第 1 次分析达到最大值，氧在第 4 次分析达到最大值，表明二者在相邻采集之间呈现不同的变化行为。

讨论与分析应用

响应水平与重复性

在所选 RSF 处理基础上，C、N、O 的平均响应约介于 1.0 至 2.2 ppm 之间。这些数值描述各元素的响应水平，而标准偏差与 RSD 描述其离散程度。在等效分析条件下比较测量序列时，响应水平和重复性均具有参考价值。

连续监测

在规定的分析方法内，重复采集测量为检查离子源状态调整、样品制备及运行一致性提供了实用依据。当样品制备、采集设置及 RSF 处理保持一致时，历次测量序列之间的比较最具参考意义，此时可以分别评价平均响应的变化和重复性的变化。

氮和氧的绝对标准偏差相近，分别为 0.1065 ppm 和 0.1051 ppm；由于平均响应不同，其 RSD 也有所不同。碳的绝对标准偏差最小，为 0.0398 ppm，同时其 RSD 也最低。因此，同时报告绝对统计量与相对统计量，可以清晰地比较这三种元素的响应。

各元素的变化趋势

碳响应主要在第 1 次至第 4 次分析之间下降，最后两次仅有轻微变化。氮在第 4 次分析达到最小值，而氧在同一次采集中达到最大值。这些差异说明，应将各元素响应曲线与整体重复性统计量结合评价。

在后续方法比较中，均值、标准偏差与按采集顺序绘制的曲线相结合，可为识别响应水平或序列变化行为的改变提供参考。确定变化原因，需要对相关样品制备或运行参数进行受控比较。

定量方法评价

样品浓度和方法检出限通过背景表征、适当的空白测量及适用的灵敏度校准确定。本研究评价的是单个测量序列内样品与背景综合响应的重复性，所报告的平均值并非检出限。

结论

GD90TraceRF 通过六次连续 DC-GDMS 分析，监测了钽样品中低 ppm 水平的 C、N、O 响应。平均响应分别为 1.04、2.01 和 2.20 ppm，相应的 RSD 分别为 3.82%、5.29% 和 4.78%。各次测量结果、统计汇总及响应趋势，为评价短期分析一致性和比较后续测量序列提供了实用依据。