第 23 卷，第 1 期　　光 谱 实 验 室　　Vol. 23, No. 1
2006 年 1 月　　Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory　　January, 2006

ICP-AES 测定多目标水地球化学普查样品中的 14 种微量元素

程 泽[①]　阿拉木斯　苏金华[a]　谭玉娟

（内蒙古矿产实验研究所　呼和浩特市昭君路 1.5 公里　010031）

a（内蒙古生态环境监测站　呼和浩特市　010020）

摘　要　采用 IRIS Intrepid II SXP ICP 光谱仪，对地球化学普查水样中 Ba、Be、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Mo、Ni、P、Pb、Sr 和 Zn 等元素的测量条件进行了探讨，优化了实验条件，进行了大批量实际样品的测定。方法简便，快速。检出限、精密度和准确度均符合质量管理的要求。

关键词　电感耦合等离子体-原子发射光谱法，地球化学普查水，Ba，Be，Cd，Co，Cr，Cu，Fe，Mn，Mo，Ni，P，Pb，Sr 和 Zn。

中图分类号：O657.31　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：1004-8138(2006)01-0130-03

1　前言

地球化学的研究、环境科学对水质的监控等都要求测定水中的有关微量元素，而水中的元素有很多种，其含量往往都极微，一般为 ppb—ppm 级。常用的分离、富集报道虽然已有许多，但分析速度慢，效率低。ICP-AES 具有多元素同时测定，分析速度快，线性范围宽等优点，但灵敏度低，直接测定有一定困难，不能满足某些微量元素的测定要求。本文在借鉴前人工作的基础上，针对地球化学普查水样的特点和要求，结合前人的经验[1-3]，采用蒸发法。拟定了一套测定水地球化学普查样品中 Ba、Be、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Mo、Ni、P、Pb、Sr、Zn 等元素的方法。由于预处理方法简便，使得工作效率明显提高。精密度均在 5%以内，并已用于大批量地球化学水样中微量元素的测定，结果满意。

2　实验部分

2.1　仪器和工作条件

IRIS Intrepid II SXP 型全谱直读等离子体发射光谱仪（美国 Thermo element 公司），TEVA 操作软件。

等离子体高频发射功率：1352W；
辅助气体流量：1.0L/min；
样品提升量：1.48ml/min；
雾化器：普通玻璃同心雾化器；
雾化压力：241.3kPa；
积分时间：长波＞238nm 7s；短波＜238nm 10s。

2.2　试剂和标准溶液

硝酸（优级纯）；实验用水为超纯水。

标准溶液：单个元素的标准储备溶液用光谱纯金属或化合物配制，标准溶液分三组，酸度均控

① 联系人，电话：(0471)5685016(办)；(0471)5687816(宅)；手机：013847114765；传真：(0471)5685193

作者简介：程泽(1963—)，男，内蒙古呼和浩特市人，高级工程师，主要从事 ICP-AES 和 X 射线荧光光谱分析研究。

收稿日期：2005-09-12；接受日期：2005-09-28

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

制为 4%硝酸。

Hb-1 Fe、Mn、Sr 各为 5μg/mL;

Hb-3 Ba、Be、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Mo、Ni、P、Pb、Sr、Zn 各为 1μg/mL;

Hb-4 Ba、Be、Cd、Co、Cr、Cu、Mo、Ni、P、Pb、Zn 各为 0.1μg/mL。

2.3 实验方法

取过滤及酸化过的水样 250mL,置于聚四氟乙烯烧杯中,在电热板上加热蒸发至 5—10mL,取下冷却至室温,加入 1mL 硝酸,小心移入 25mL 聚乙烯塑料比色管中,用超纯水冲至刻度,摇匀。待仪器预热稳定后,于选定的工作条件下,上机进行测定。

3 结果与讨论

3.1 酸度的选择

天然水样的 pH 值较高,一般在 pH=7.5 左右,在此 pH 下多种金属离子水解呈氢氧化物状态,容易凝聚和被容器吸附,所以须对水样进行酸化。酸化还可以抑制微生物的繁殖。为了解酸度及介质对待测元素的影响,做了在 pH 2、3、4 条件下硝酸和王水介质的实验,结果表明,酸度影响不大,硝酸较王水介质稍好。故采用硝酸酸化为 pH=3 左右后进行分析。

3.2 高频发生器功率的选择

固定所有的仪器工作条件,改变 ICP 射频功率。发射功率由 750—1500W 变化,试验了各元素的谱线强度。结果表明,大多数元素,当射频功率较大时(大于 1350W)有较高的灵敏度,而部分元素(如 Fe、Sr 等)受射频功率的影响不大,可采用较低的射频功率,但是综合考虑同时测定 14 种元素时,选择 1350W 的射频功率较好。

3.3 雾化器压力的选择

在高频功率 1350W 的条件下,固定仪器其他工作条件,雾化器压力由 103.4—310.2kPa 变化,实验表明,当雾化器压力为 241.3kPa 时,多数元素校准曲线斜率大且光强恒定,考虑仪器无高盐雾化器的具体情况,所以本实验采用的雾化器压力为 241.3kPa。

3.4 样品提升量的选择

在高频功率 1350W,雾化器压力为 241.3kPa 的条件下,提升量由 1.0—3.0mL/min 变化,实验表明,以提升量为 1.48mL/min 为最佳。

3.5 分析线的选择

分析线选择是否恰当,直接影响到测定结果的准确性以及测定方法的可信度。分析线选择的原则是所选的线检出限低,灵敏度高,干扰元素少,干扰程度低,线性范围宽,实际应用好等。各元素分析线的选择是分析过程中的重要一步,本实验根据仪器提供的波长谱线资料及 TEVA 软件上附的各元素灵敏线库,试验、优选了各元素的最佳分析线为 Ba 455.403(74)、Be 234.861(143)、Cd 226.502(148)、Co 228.616(147)、Cr 267.716(125)、Cu 324.754(103)、Fe 239.562(140)、Mn 257.610(130)、Mo 202.030(166)、Ni 231.604(145)、P 177.499(189)、Pb 220.353(152)、Sr 215.284(156)、Zn 213.856(157)。

表 1　各元素检出限

元素	谱线(nm)	检出限(μg/mL)
Ba	455.4	0.005
Be	234.8	0.0002
Cd	226.5	0.0005
Co	228.6	0.0001
Cr	267.7	0.005
Cu	324.7	0.003
Fe	239.5	0.03
Mn	257.6	0.002
Mo	202.0	0.0005
Ni	231.6	0.003
P	177.5	0.005
Pb	220.3	0.003
Sr	215.3	0.003
Zn	213.8	0.005

3.6 方法检出限

取 10 次平行测定空白溶液的结果,按 IUPAC 规定计算,得各元素检出限,如表 1 所示。

3.7 方法精密度、准确度实验

3.7.1 样品分析步骤

取过滤及酸化过的水样 250mL,置于电热板上加热蒸发至 5—10mL,取下冷却至室温,加入 1mL 硝酸,小心移入 25mL 聚乙烯塑料比色管中,用超纯水冲至刻度,摇匀,待仪器预热稳定后,上

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

机进行测定。14 个元素的精密度均在 5%以内，加标回收率在 85%—115%之间。

3.7.2 标准样品分析

选择国家级水标准溶液 GSBZ5009-88，GSB07-1188-2000，GSB07-1189-2000，GBW08613 各取 10mL，上机随样品进行测定，分析结果与推荐值基本相符。实验证明，用本法测定的结果是可靠的。测得结果如表 2 所列。

表 2 标样测定结果

标样号	元素	标准值(μg/mL)	测得值(μg/mL)	RSD(%，n=10)
	Ba			
	Be			
GSBZ5009-88	Cd	0.129	0.140	0.251
GBW08613	Co	0.160	0.170	0.351
GSBZ5009-88	Cr	0.791	0.790	0.516
GSBZ5009-88	Cu	1.130	1.106	0.371
GSB07-1188-2000	Fe	1.350	1.332	0.501
GSB07-1189-2000	Mn	1.960	1.845	0.558
	Mo			
GSBZ5009-88	Ni	0.648	0.696	2.334
	P			
GSBZ5009-88	Pb	1.560	1.592	1.503
	Sr			
GSBZ5009-88	Zn	0.390	0.390	0.394

4 结论

本文利用 ICP-AES 法测定水地球化学普查样品中的 14 个元素，我区地下水的矿化度高，盐分含量大。针对我所仪器无高盐雾化器的具体情况，采用普通雾化器进行了以上试验，从分析结果可以看出，结果完全可以满足要求。

参考文献

[1] 陈建斌，游宗保，许斌. IRIS/AP-ICP-AES 法同时测定地表水中的 Cu、Pb、Zn、Mn 和 Cd[J]. 光谱实验室，2002，**19**(3)：367.

[2] 柳少锋，董文霞，赵连荣. 旋转薄膜蒸发器蒸馏富集-感耦等离子体原子发射光谱法同时测定水中微量元素[J]. 岩矿测试，1994，**13**(3)：207.

[3] 辛仁轩. 等离子体发射光谱分析[M]. 北京：化学工业出版社，2005. 225—235.

Determination of 14 Microelements in the Multi-Objectives Water Geochemistry General Survey Sample by ICP-AES

CHENG Ze ALA Mu-S SU Jin-Hua[a] TAN Yu-Juan

(*Innermongolian Research Center of Geoanalysis, Huhhot* 010031, *P. R. China*)

a(*Innermongolian Ecological Environmental Monitoring Station, Huhhot* 010020, *P. R. China*)

Abstract The amounts of Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, P, Pb, Sr and Zn in the geochemistry general survey water sample were determined by IRIS Intrepid II SXP ICP spectroscopy with survey conditions. The experimental conditions were optimized. The method is simple, fast with high precision and accuracy for the quality control.

Key words ICP-AES, Geochemistry General Survey Water, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, P, Pb, Sr and Zn.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net