

ICP-MS 法同时测定涉水材料浸泡水中的 11 种元素

吕琳琳¹, 徐 烨^{1*}, 伊 萍², 曲 宁², 顾鑫荣¹

1 东北大学理学院, 辽宁 沈阳 110004

2 辽宁省疾病预防控制中心理化检验科, 辽宁 沈阳 110005

摘 要 研究了用电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)对涉水材料浸泡水中的 11 种元素 Ag, As, Ba, Cd, Cu, Sb, Sn, Mn, Ni, Pb 和 Hg 进行同时测定的方法。优化了 ICP-MS 的工作参数: RF 功率为 1 350 W、冷却气流量为 13 L·min⁻¹、辅助气流量为 0.70 L·min⁻¹、载气流量为 0.8 L·min⁻¹、雾化气流量为 1.02 L·min⁻¹、样品提升速率为 1.48 mL·min⁻¹。11 种元素的检出限在 0.003~0.170 μg·L⁻¹ 之间, 相对标准偏差(RSD) (n=6) 均小于 7%, 回收率均在 92.4%~108.2% 之间。该方法用于涉水材料浸泡水中元素的测定, 结果令人满意。

主题词 ICP-MS; 涉水材料; 浸泡水

中图分类号 O657.3

文献标识码: A

文章编号: 1000-0593(2006)03-0548-03

引 言

输配水设备、防护材料以及与水接触的水处理材料中都含有多种金属元素, 当这些材料与水接触时, 不可避免的对水质造成一定的污染。从保护人体健康出发, 必须对这些材料中含有的金属元素进行检测。目前测定水质中金属元素及类金属元素的方法主要有: 分光光度法^[1]、火焰原子吸收法^[2]、ICP-AES 法^[3]、ICP-MS^[4], 其中以 ICP-AES、ICP-MS 法进行多种金属元素的同时测定最为有效。

ICP-MS 由于其具有灵敏度高、检出限低、不必预分离富集能进行多元素同时快速测定等优点, 是同时分析涉水材料浸泡水中元素的有效方法。本文研究用 ICP-MS 法同时测定涉水材料浸泡水中的砷、银、镉、镍、汞、钡、铜、锰、锑、锡和铅 11 种元素, 取得了满意的效果。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

X Series 电感耦合等离子质谱仪(Thermo Elemental); 超纯水由二次去离子水经 Milli-Q Gradient 纯水机处理而得, 硝酸为优级纯。

标准储备液: 砷、银、镉、镍、汞、硒标准溶液浓度为 1 000 μg·mL⁻¹, 钡、铜、锰、锑、锡、铅、铟、铍、钴、锂、铋标准溶液浓度为 100 μg·mL⁻¹ (国家标准物质中心)。临用时用 1% HNO₃ 稀释配制成混合标准使用液。

1.2 样品预处理及测定

按照国家标准 GB3838-8 方法配置试验用浸泡水。用试验用浸泡水充满受试水管或水箱, 不留空隙, 两端用包有聚四氟乙烯薄膜的干净软木塞或橡皮塞塞紧, 在 25℃ 左右避光的条件下浸泡 24 h, 立即将浸泡水放入预先洗净的样品瓶内, 在最优化的实验条件下, 用 ICP-MS 直接进行测定各元素含量, 同时做空白实验。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作参数的优化及干扰消除

用 10 μg·L⁻¹ 的铟、铍、钴、锂、铋、硒的混合标准溶液, 对仪器条件进行优化。仪器优化参数见表 1。

Table 1 Operating parameters of ICP-MS

仪器参数	优化值	仪器参数	优化值
RF 功率/W	1 350	分析时间/s	20
冷却气流量/(L·min ⁻¹)	13	雾化温度/℃	3
辅助气流量/(L·min ⁻¹)	0.7	扫描方式	跳峰
载气流量/(L·min ⁻¹)	0.8	观测点/峰	3
雾化气流量/(L·min ⁻¹)	1.02	循环次数	3
样品提升速率/(L·min ⁻¹)	1.48	采样深度/mm	20

2.2 同位素的选择

由四极杆构成质谱计的等离子体质谱仪, 其质谱干扰主要来自于基体元素的氧离子、多原子离子、双电荷离子以及由 Ar 气和 C, H, O 和 N 等结合的多种复合离子形成的背景

收稿日期: 2005-09-08, 修订日期: 2005-11-28

作者简介: 吕琳琳, 女, 1980 年生, 东北大学理学院分析化学专业硕士研究生 * 通讯联系人

质谱^[5]。为避免干扰，应对分析元素的同位素进行选择，结果见表 2。

Table 2 The isotope of detection

元素	Ag	As	Ba	Cd	Cu	Mn	Ni	Sb	Sn	Hg	Pb
同位素	107	75	137	111	65	55	60	121	118	202	212

2 3 酸度的选择

Table 3 Linear regression equations and detection limits

元素	线性回归方程	相关系数 <i>R</i>	检出限/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)(<i>n</i> = 11)	RSD/ % (<i>n</i> = 6)
Ag	$y = 492 + 381.6x$	0.999 6	0.005	2.2
As	$y = 889 + 680x$	0.999 3	0.094	6.3
Ba	$y = 151.8 + 787x$	0.999 0	0.010	1.5
Cd	$y = 128.1 + 848x$	0.999 4	0.003	2.6
Cu	$y = 400.4 + 283.1x$	0.999 4	0.025	1.3
Mn	$y = 877.1 + 608.8x$	0.999 6	0.008	0.6
Ni	$y = 177.1 + 121.0x$	0.999 3	0.022	0.8
Sb	$y = 361.5 + 229.0x$	0.999 3	0.003	5.9
Sn	$y = 679.9 + 193.2x$	0.999 3	0.170	5.6
Hg	$y = 105.5 + 741x$	0.999 6	0.013	5.7
Pb	$y = 113.96 + 401.3x$	0.999 1	0.016	1.6

Table 4 Results of sample analysis(*n*= 6)

元素	样品值 $/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	加标值 $/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	测定总量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	回收率/ %
Ag	2.42	5.00	7.25	96.6
As	0.58	5.00	5.83	105.0
Ba	3.49	5.00	8.25	95.2
Cd	0.09	5.00	5.50	108.2
Cu	1.20	5.00	5.82	92.4
Mn	1.41	5.00	6.25	97.4
Ni	0.45	5.00	5.78	106.6
Sb	0.03	5.00	4.78	95.0
Sn	0.00	5.00	4.88	97.6
Hg	0.42	5.00	5.26	96.8
Pb	1.66	5.00	6.43	95.4

ICP-MS 法用酸作溶剂是为了保持溶液中金属离子的稳定。但盐酸、硫酸和磷酸会引起较严重的干扰，因此选用 HNO₃ 作溶剂。由于酸度较大时，背景干扰较大，所以宜采用低浓度酸溶液做空白溶剂。实验结果表明：1% HNO₃ 做空白溶剂时，其空白值低，即背景小。所以应选用 1% HNO₃ 做空白溶剂。

2 4 校正曲线的测定及检测限

在上述选定的最优条件下，砷、银、镉、镍、汞、钡、铜、锰、锑、锡和铅 11 种元素在 0~ 100 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 浓度范围内呈线性关系，11 种元素的线性回归方程及检出限见表 3。

2 5 回收率及样品测定

对样品的浸泡水进行了测定，并进行了加标回收实验。样品测定值及回收率实验结果见表 4。实验结果表明，各元素回收率在 92.4% ~ 108.2%。

样品分析结果表明，该方法快速简便，灵敏度高，既适用于常规检测，又可满足科学研究的需要。

参 考 文 献

- [1] YU Chang-xing, ZHANG Min-fang, GAO Ying-li(俞长兴, 张敏芳, 高英立). Chinese J. Anal. Chem.(分析化学), 1997, 25(5): 531.
- [2] ZHANG Qi-feng, LIU Qin, YAO Xing(张奇凤, 刘 琴, 姚 兴). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(3): 366.
- [3] Atanassova D, Stefanova V, Russeva E. Talanta, 1998, 47(5): 1237.
- [4] Gäbler Hans Eike, Bahr Andreas. Chemical Geology, 1999, 156(1-4): 323.
- [5] YIN Ming, LI Bing, FU Ting-fa(尹 明, 李 冰, 符廷发). Journal of Analytical Science(分析科学学报), 1995, 11(1): 13.

Determination of Eleven Elements in Water-Touched Material by ICP-MS

LÜ Lir-lin¹, XU Ye^{1*}, YI Ping², QU Ning², GU Xin-rong¹

1. College of Science, Northeastern University, Shenyang 110004, China

2. Liaoning Province Center for Disease Control and Prevention, Shenyang 110005, China

Abstract Water-touched material include water distribution equipment, protecting materials, and water treatment material. The security of the material plays an important role in everyone's daily life. So it's necessary to determining metal elements in the material. A method for the determination of eleven elements, including Ag, As, Ba, Cd, Cu, Sb, Sn, Mn, Ni, Pb and Hg, in the water-touched material by inductively coupled plasma-mass spectrum(ICP-MS) is described. The plasma parameters were optimized as follows: The RF input power was 1 350 W; flow rate of cooling gas was 13 L · min⁻¹; flow rate of assistant gas was 0.70 L · min⁻¹; flow rate of carrying gas was 0.8 L · min⁻¹; flow rate of atomization gas was 1.02 L · min⁻¹; rate of sampling was 1.48 mL · min⁻¹. The detection limits of these eleven elements were 0.003-0.170 μg · L⁻¹. The relative standard deviations($n=6$) were 0.6%-6.3%. The correlation coefficients were 0.999-0.999 6. The recoveries of the method were 92.4%-108.2%. This method is sensitive, accurate and simple compared with other methods, and has the advantage of wide linear range. The results were satisfactory.

Keywords ICP-MS; Water-touched material; Mining water

(Received Sep. 8, 2005; accepted Nov. 28, 2005)

* Corresponding author