

ICP-MS 和 AFS 测定环境水样中的 铅含量的比较

张莹^① 顾锡龙 谭颖

(青海省岩矿测试应用研究所 西宁市盐湖巷 15 号 810008)

摘 要 在选定的最佳条件下,样品经过前处理后采用 ICP-MS 和 AFS 两种方法测定环境水样中的铅的含量,最终 ICP-MS 与 AFS 测定结果一致。两种方法对环境水样中铅含量的测定都具有较好的应用,且 ICP-MS 简便、快速、线性范围宽、测量稳定、可多元素同时测定,AFS 谱线简单,灵敏度高,检出限低。

关键词 电感耦合等离子体-质谱法;原子荧光光谱法;环境水样;铅

中图分类号: O 657. 63 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-8138(2009)04-1000-03

1 前言

环境水样中的铅一般可以采用原子吸收分光光度法(AAS)、原子荧光光谱法(AFS)和电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)。在实际工作中,AFS 具有谱线简单,灵敏度高,检出线低的特点;ICP-MS 具有灵敏度高、线性范围宽、可同时测定多种元素等特点。本文采用 ICP-MS 和 AFS 同时测定环境水样的 Pb 进行对比。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

ELAN DRC -e 电感耦合等离子体质谱(美国 PE 公司),其中 e 是指带有碰撞反应池。

AFS-8130 双道原子荧光光度计(北京吉天仪器有限公司)。

各元素标准储备溶液: 100 μ g/mL,使用时逐级稀释;硝酸、盐酸均为优级纯;高纯氩气 99.999%;实验用水为去离子水。

2.2 仪器工作条件

ICP-MS 工作条件见表 1^[1]。

表 1 ICP-MS 工作条件

功率(W)	1150	扫描方式	跳峰
冷却气流量(L/min)	15	停留时间(ms/点)	50
辅助气流量(L/min)	1.2	泵速(r/min)	24
雾化气流量(L/min)	0.80	扫描次数(次)	20
采样锥孔径(mm)	1.1	截取锥孔径(mm)	0.9

AFS 工作条件及所用溶液见表 2 和表 3。

① 联系人,手机: (0)13897259852; E-mail: ahaiying@0386.sina.com

作者简介: 张莹(1981—),女,西宁市人,助理工程师,主要从事岩石矿物化学分析工作。

收稿日期: 2009-03-19; 接受日期: 2009-04-07

表 2 AFS 工作条件

灯电流 (mA)	负高压 (V)	载气 (mL/min)	屏蔽气 (mL/min)	积分时间 (s)	延迟时间 (s)
70	270	300	800	10	1.0

表 3 AFS 所用溶液

载流	还原剂
3% HNO ₃	2% KOH+ 2% KHB ₄ + 2% K ₃ Fe(CN) ₆

2 3 试验方法

样品制备:

(1) ICP-MS: 取硝酸酸化样品 10mL [取体积为 1L 的水样于清洁硬质玻璃瓶中, 加入 (1+ 1) HNO₃ 5mL, 使 pH < 2] 于 25mL 的比色管中, 加入 0.5mL 硝酸, 摇匀, 用 ICP-MS 进行测定, 同时做空白对照实验。

(2) AFS: 取硝酸酸化样品 10mL [取体积为 1L 的水样于清洁硬质玻璃瓶中, 加入 (1+ 1)HNO₃ 5mL, 使 pH < 2] 于 25mL 的比色管中, 滴加酚酞 1 滴, 用稀的氢氧化钠调至红色, 然后用极稀的硝酸将溶液调至刚变为无色, 再加入 3% 的硝酸, 水冲至刻度, 摇匀, 用 AFS 进行测定, 同时做空白对照实验。

3 结果与讨论

3 1 各仪器的元素方法检出限

各仪器的元素方法检出限见表 4。

表 4 各仪器的元素分析检出限

仪器	ICP-MS	AFS
检出限(μg/L)	0.01	0.05

3 2 测定结果, 回收率及精密度

3 2 1 ICP-MS 的回收率及精密度

分别取不同的环境水样 8 份, 按 2 3 (1) 进行处理, 同一待测样品平行测定 6 次, 并对样品进行加标回收试验, 其相对标准偏差(RSD) 小于 2.6%, 回收率 97.4%—102.6% 之间。结果见表 5。

表 5 ICP-MS 对样品的测定结果, 回收率及精密度结果

样品	样品含量 (μg/L)	加入量 (μg/L)	回收量 (μg/L)	RSD (%)	回收率 (%)
1	36.5	50.0	84.3	2.0	97.5
2	128.1	150.0	272.6	1.7	98.0
3	56.7	50.0	109.5	2.3	102.6
4	273.0	300.0	568.9	1.9	99.3
5	416.3	400.0	820.4	2.1	100.5
6	88.4	100.0	191.1	2.5	101.4
7	365.0	400.0	758.3	2.0	99.1
8	259.6	300.0	545.0	1.9	97.4

3 2 2 AFS 的回收率及精密度

分别取以上相同的环境水样 8 份, 按 2 3 2 进行处理, 同一待测样品平行测定 6 次, 并对样品进行加标回收试验, 其相对标准偏差(RSD) 小于 2.4%, 回收率 96.2%—102.7% 之间。结果见表

表 6 AFS 对样品的测定结果, 回收率及精密度结果

样品	样品含量 ($\mu\text{g/L}$)	加入量 ($\mu\text{g/L}$)	回收量 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%)	回收率 (%)
1	37.2	40.0	79.3	2.1	102.7
2	130.0	150.0	271.6	1.9	97.0
3	56.5	50.0	102.5	1.8	96.2
4	274.2	300.0	568.6	2.2	99.0
5	425.1	400.0	829.0	2.1	100.5
6	89.1	100.0	188.1	2.3	99.5
7	369.3	400.0	777.4	1.9	101.1
8	255.4	250.0	502.2	1.7	99.4

4 结论

ICP-MS 具有灵敏度高、线性范围宽、可同时测定多种元素的优点; AFS 具有谱线简单, 灵敏度高, 检出线低的特点, 环境水样的干扰组分含量较低, 不会干扰铅的测定, 在 20g/L 柠檬酸钠存在下, 一般样品中共存元素均不干扰铅的测定, 但是铅的氢化物生成条件较为苛刻, 要求酸度范围较窄, 应遵循的原则是: 保持反应后废液的 pH 在 $8-9$ ^[2]。

参考文献

- [1] 李冰编著. 电感耦合等离子体质谱原理和应用[M]. 北京: 地质出版社, 2005. 144—147.
[2] 刘明钟, 汤志勇等编著. 原子荧光光谱分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007. 126—127.

Determination of Pb in Natural Water by ICP-MS and AFS

ZHANG Ying GU XiLong TAN Ying

(Qinghai Institute of Analysis and Applications of Rack Mines, Xining 810008, P. R. China)

Abstract Under the optimal conditions, after the pretreating of sample, Pb in natural water were determined by ICP-MS and AFS, the results were accordant with those chemical method. Both methods are simple and quick, rapid and broad linear range, stable determining, the recovery of 97.4%—102.6% and 96.2%—102.7%, respectively.

Key words ICP-MS; AFS; Natural Water; Pb

关于赠送作者样刊和发放稿酬的通知

各有关作者:

从 2007 年第 1 期起, 本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊), 均按篇赠送 2 本样刊, 用普通印刷品邮寄给作者联系人, 遗失不再补赠。若遗失或作者另有需要, 请在发表之日起 2 个月之内汇款购买(第 1 期 70 元/本; 其余 40 元/本, 免收挂号邮寄费), 逾期不再办理。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定, 若作者急需, 请预交特快专递费(30 元/件)。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人, 请各位联系人接到邮局通知后, 务必及时到邮局领取。若 2 个月未领, 被邮局退回, 本刊不再补发。

特此通知

《光谱实验室》编辑部

汇款购买地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095