

# ICP/MS 法对实验室用水的分析

李 韬, 朱 艳

(湖北省环境监测中心站, 湖北 武汉 430072)

**摘 要:** 采用电感耦合等离子光谱和质谱法对超纯水、去离子水和蒸馏水 3 种实验用水进行半定量和定量分析。通过对主要相关元素的分析结果比较, 超纯水的水质优于其他两种, 更适宜作为无机元素痕量分析的实验用水。

**关键词:** ICP/MS; 半定量分析; 定量分析; 实验用水

中图分类号: O657.3 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)01-0032-02

## Analysis of Water Used for Laboratory with ICP/MS

LI Tao, ZHU Yan

(Hubei Environmental Monitoring Center, Wuhan, Hubei 430072, China)

**Abstract:** Three kinds of water used for laboratory, super pure water, deionized water and distillation water, were analyzed half quantitatively and quantitatively. Results indicated that the quality of super pure water was better than the other two, and was more suitable for trace analysis of inorganic elements.

**Key words:** ICP/MS; Half Quantitative analysis; Quantitative analysis; Experiment used water

电感耦合等离子体光谱/质谱法(ICP/MS)是近些年发展起来的新技术。把电感耦合等离子体光谱法和质谱法相结合,用来对大多数无机金属元素进行半定量和定量分析,具有高速定性,多元素快速同时定量,分析精密度高以及能进行同位素对比测定等优点。在日常实验分析中,经常用到蒸馏水、去离子水和超纯水 3 种实验用水,但这 3 种实验用水中无机元素含量有多大区别,很难用以往的仪器如原子吸收分光光度计进行测定。今应用 ICP/MS 对这 3 种实验用水进行半定量、定量分析,并同时去离子水进行加标回收实验,以确定哪种实验用水更适宜用作无机元素的痕量分析。

## 1 实验

### 1.1 主要仪器与试剂

ELAN 6000 ICP/MS 分析仪,美国 Perkin Elmer 公司; ICP/MS 专用调整液:调整元素为 He<sub>3</sub>、Mg<sub>24</sub>、Rh<sub>103</sub>、Pb<sub>208</sub>,浓度 10 μg/L,美国 Perkin Elmer 公司; 11355 ICP 1 000 mg/L 多元素标准混合液: Ag、Al、B、Ba、Bi、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Ga、In、K、Li、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Sr、Tl、Zn,德国 Merck 化学药品公司; 硝

酸:超纯,ICP/MS 专用,日本和光纯药株式会社。

### 1.2 标准曲线的配制

用 0.2 mol/L 硝酸将 11355 ICP 1 000 mg/L 多元素标准混合液逐级稀释成 1 000 μg/L 标准中间液(使用当天配制),现用时依次配制成 0.00 μg/L、1.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、50.0 μg/L 和 100 μg/L 的标准溶液系列。

### 1.3 样品处理

分别取超纯水、去离子水、蒸馏水,滴加浓 HNO<sub>3</sub> 2 mL 定容至 100 mL。同时再取去离子水,加入 100 μg/L 标准混合溶液 10 mL 及浓 HNO<sub>3</sub> 2 mL 定容至 100 mL 作回收实验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器的调整及测量参数的优化

在进行测量前,先用 ICP/MS 专用调整液对仪器的性能进行调整,使分析状态达到最优化。仪器

收稿日期:2001-02-05; 修订日期:2001-12-23

作者简介:李 韬(1972-),男,湖北鄂州人,工程师,学士,从事环境监测工作,已发表论文 6 篇。

最优化测量参数为: 入射功率 1 kW; 采样深度 6 mm; 等离子体流量 15 L/min, 辅助气流量 1.2 L/min, 载气流量 0.6 L/min。

## 2.2 半定量分析结果

ICP/MS 测量范围宽, 半定量分析的元素种类多, 一一列出难免显得繁琐, 今选择一些相关元素的分析结果列表 1。

表 1 实验室用水半定量分析结果  $\mu\text{g/L}$

测定元素	B	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Fe
超纯水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	1
去离子水	< 1	< 1	< 1	< 1	19	6 229	2	< 1	1
蒸馏水	< 1	< 1	< 1	< 1	1	< 1	3	< 1	4

  

测定元素	Ni	Zn	As	Zr	Cd	Cu	Pb	Co
超纯水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
去离子水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
蒸馏水	14	3	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1

## 2.3 定量分析、检测限、定量下限及元素回收率

根据半定量分析结果及 11355 ICP 多元素标准混合液所含元素, 选择 B<sub>10</sub>、B<sub>11</sub>、Fe<sub>54</sub>、Fe<sub>56</sub>、Cu<sub>63</sub>、Cu<sub>65</sub>、Zn<sub>66</sub>、Zn<sub>67</sub>、Zn<sub>68</sub>、Cd<sub>111</sub>、Cd<sub>114</sub>、Pb<sub>206</sub>、Pb<sub>207</sub>、Pb<sub>208</sub> 等元素进行定量分析, 同时计算其回收率。元素检测限 (MDL) 按背景测量标准偏差 3 倍计, 定量下限 (MQL) 按背景测量标准偏差的 10 倍计, 分析结果见表 2。

## 2.4 讨论

从定量分析结果可以看出, B<sub>10</sub>、B<sub>11</sub> 的回收率稍偏低, 这可能是因为 ICP/MS 刚进行了年检, 清洗了分析部件, 由于 B<sub>10</sub>、B<sub>11</sub> 记忆效应的影响, 抑制了元素信号的强度, 使分析结果偏低。同时 Fe<sub>56</sub> 的回收率也非常不好, 其分析信号很可能受到分子离子 ArO、ArOH 的影响, 干扰了其分析信号强度, 并使其 MDL 和 MQL 变高; 所加入 10  $\mu\text{g/L}$  标准溶

表 2 定量分析结果、检测限、定量下限及回收率  $\mu\text{g/L}$

元 素	B <sub>10</sub>	B <sub>11</sub>	Fe <sub>54</sub>	Fe <sub>56</sub>	Cu <sub>63</sub>	Cu <sub>65</sub>	Zn <sub>66</sub>	Zn <sub>67</sub>
超纯水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
去离子水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
蒸馏水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	3	3
回收率/ %	73.3	72.8	—	65.3	95.8	94.5	102.8	103.8
MDL	0.894	1.00	2.62	9.64	0.016	0.023	0.020	0.058
MQL	2.98	3.34	8.74	31.8	0.050	0.075	0.067	0.193

  

元素	Zn <sub>68</sub>	Cd <sub>111</sub>	Cd <sub>114</sub>	Pb <sub>206</sub>	Pb <sub>207</sub>	Pb <sub>208</sub>
超纯水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
去离子水	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
蒸馏水	3	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
回收率/ %	103.4	97.3	98.3	103.5	103.7	105.3
MDL	0.049	0.006	0.003	0.0003	0.0003	0.0003
MQL	0.165	0.023	0.012	0.001	0.001	0.001

液浓度相对较小, 其分析值小于 MQL, 亦导致回收率变差。Fe<sub>54</sub> 天然丰度很小, 受分子离子的干扰就显得更为严重, 其 MDL 和 MQL 也较其他元素高, 在添加 10  $\mu\text{g/L}$  标准溶液中, 其分析信号完全受到影响, 无法测得回收率。其他元素的回收率则均能满足实验要求。另外, 3 种实验用水都属于清洁水体, 所含各种元素浓度也极低, 基体效应对分析元素的抑制或增强很小, 它们所受的干扰应大体来自同一

原因。分析结果表明, 超纯水、去离子水的水质优于蒸馏水。

从定性分析结果看, 去离子水中的 Si、S、K 含量明显高于超纯水。就 3 种实验用水所含无机元素而言, 超纯水水质最好。因此, 在进行较低含量无机元素分析时, 选用超纯水作为实验用水更能满足实验要求。

## • 启事 •

### 《环境监测管理与技术》电子信箱开通

《环境监测管理与技术》正式启用中国期刊网上电子信箱和主页, 欢迎大家上网浏览本刊信息, 投稿, 提建议。电子信箱: E-mail: HJJS@chinajournal.net.cn 主页: HJJS.chinajournal.net.cn