

ICP-MS 测定水处理剂中的多元素含量

ICPMS-242

摘要：参考 GB/T 43098.2-2023《水处理剂分析方法 第 2 部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱法 (ICPMS)》，采用岛津 ICPMS 建立了水处理剂中砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜的测试方法，实验结果表明：各元素的线性相关系数 r 为 0.99986~0.99997，方法检出限为 0.003~0.06 $\mu\text{g/g}$ ，加标回收率为 90.3%~110%，高含量的元素稀释不同倍数后测定比较，以考察基体对测定结果的影响，稀释不同倍数后测定结果稀释误差范围为 0.74%~1.52%。该方法检出限低，准确度高，可快速分析水处理剂中多元素的含量。

关键词：ICP-MS 聚合氯化铝 水处理剂 元素

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，低氦气消耗条件下获得准确、稳定的定量分析结果；
- ❖ 使用气体在线稀释功能，提高基体耐受力，降低了锥的维护频率；
- ❖ 自动执行预清洗步骤，显著缩短测样时间，提高分析效率。

为了确保水系统的正常动行及节约用水，减少对环境的污染，需要在水中添加适量的化学处理药剂，控制生产设施的腐蚀、结垢、菌藻、黏泥等危害。随着水处理技术的发展，水质情况日趋复杂，不同配方组成的水处理剂产品种类不断增加，需要对水处理剂中的多种指标进行测定和监控。

由于水处理剂是投加到水体中使用的，有害杂质势必存在残留风险，重金属残留可以影响神经系统的正常功能，导致头痛、头晕、失眠、记忆力减

退等症状。长期暴露还可能导致神经衰弱、智力下降等问题。

电感耦合等离子体质谱具有灵敏度高，稳定性好和分析速度快等优点。本文参考 GB/T 43098.2-2023《水处理剂分析方法 第 2 部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱法 (ICPMS)》，采用岛津 ICPMS 建立了水处理剂中砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜的测试方法，该方法灵敏度高，分析速度快，适用于水处理剂中多元素测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器参数

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
采样深度	6.0 mm	载气流速	0.55 L/min
炬管类型	Mini 炬管	辅助气流速	1.10 L/min
雾化室	旋流	稀释气	0.30 L/min
雾化器	同心雾化器	池气体	7 mL/min (He)
雾化室温度	5°C	池电压	-40 V
泵速	10 r/min	能量过滤器	7 V

1.3 样品前处理

准确移取 1 g 样品于 50 mL 容量瓶，用水稀释至刻度摇匀，以此为试样溶液。

准确取 20 mL 试样溶液于聚四氟消解罐中，加入 3 mL 硝酸，置于石墨消解仪中，100°C 消解至溶液澄清透明，用超纯水转移至离心管中，加入 50 μ L 浓度为 1000 mg/L 的 Au 溶液，定容至 25 mL，相同方法制备空白溶液。

准确取 1 mL 试样溶液于 10 mL 离心管中，用 2% 的硝酸溶液定容至 10 mL。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

标准溶液：使用 2% 硝酸配制多元素混合标准溶液系列，浓度分别为 0、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.0、20.0、30.0、40.0、100、200 μ g/L，其中 Hg 元素浓度为 0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μ g/L，根据样品实际含量调整线性范围，各元素的标准溶液浓度见表 2，标准曲线见图 1。

内标溶液：用 1% 硝酸溶液配制混合内标溶液 1.00 mg/L，内标组件在线加入。

表 2 标准溶液系列 (μ g/L)

元素	内标	STD 0	STD 1	STD 2	STD 3	STD 4	STD 5	STD 6	STD 7	STD 8	STD 9	STD 10	STD 11
⁷⁵ As	¹⁰³ Rh	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	---	---	---	---
¹¹¹ Cd	¹⁰³ Rh	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	---	---	---	---
⁵² Cr	¹⁰³ Rh	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	30.0	40.0	100	200
⁶³ Cu	¹⁰³ Rh	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	30.0	40.0	100	---
²⁰² Hg	²⁰⁹ Bi	0.00	---	---	---	---	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	---
⁶⁰ Ni	¹⁰³ Rh	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	30.0	40.0	100	200
²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	30.0	40.0	100	---

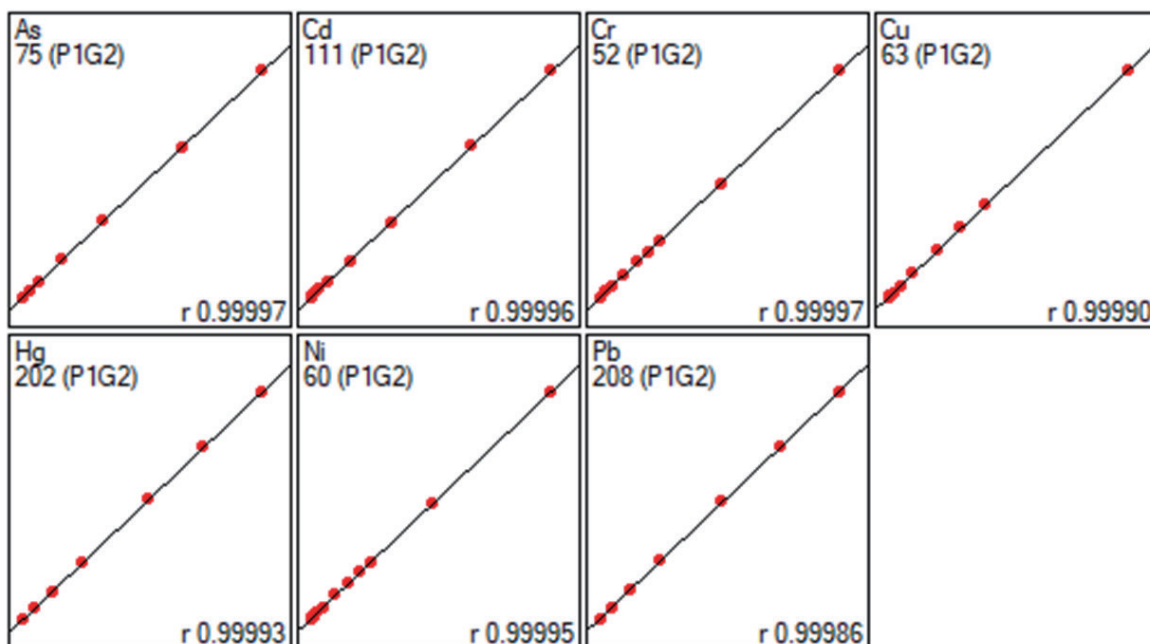


图 1 各元素线性图

2.2 检出限考察

使用样品空白溶液测定 10 次,以样品空白浓度的 3 倍标准偏差(SD)计算仪器检出限。按照“1.3 样品前处理”,计算得到方法检出限,结果见表 3。

表 3 仪器检出限和方法检出限

分析元素	仪器检出限 (µg/L)	方法检出限 (µg/g)
⁷⁵ As	0.03	0.02
¹¹¹ Cd	0.007	0.004
⁵² Cr	0.03	0.02
⁶³ Cu	0.02	0.01
²⁰² Hg	0.005	0.003
⁶⁰ Ni	0.09	0.06
²⁰⁸ Pb	0.005	0.003

2.3 样品分析结果

按照“1.3 样品前处理”将样品处理后,使用 ICPMS-2050LF 依次测定标准溶液和样品溶液,并做加标回收试验,聚合氯化铝水处理剂测定结果见表 4,各元素加标回收率为 90.3%~110%,高含量的元素稀释不同倍数后测定比较,以考察基体对测定结果的影响,稀释后测定误差范围为 0.74%~1.52%。

表 4 聚合氯化铝水处理剂样品测定结果

元素	测定值 (µg/L)	RSD (n=3,%)	样品含量 (µg/g)	加标量 (µg/L)	加标回收率 (%)	稀释倍数	稀释后测定 (µg/L)	稀释误差 (%)
⁷⁵ As	7.94	0.80	4.96	1.00	110	---	---	---
¹¹¹ Cd	N.D.	---	---	1.00	108	---	---	---
⁵² Cr	117	0.49	72.9	---	---	2	58.8	0.74
⁶³ Cu	74.7	0.54	46.7	---	---	2	36.8	1.52
²⁰² Hg	N.D.	---	---	0.20	108	---	---	---
⁶⁰ Ni	22.9	1.10	14.3	10.0	90.3	---	---	---
²⁰⁸ Pb	30.6	0.33	19.1	10.0	92.0	---	---	---

计算每次测定结果与平均值的比值,绘制 2 小时稳定性曲线如图 2 所示,各元素 2 小时分析结果稳定性变化在 3% 以内。

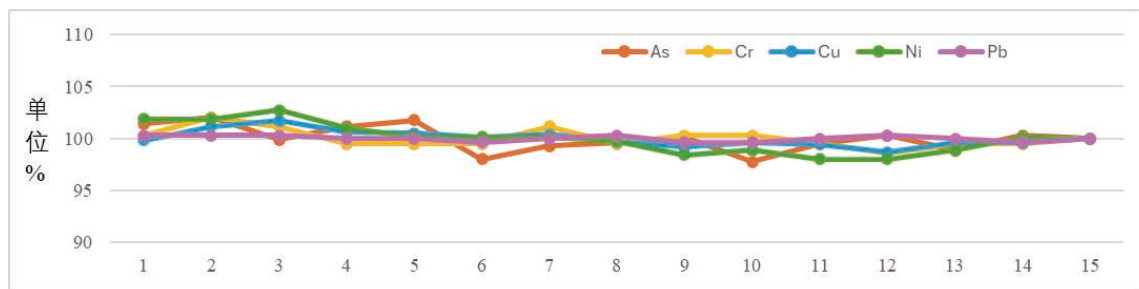


图 2 聚合氯化铝水处理剂测定稳定性变化图

■ 结论

本文参考 GB/T 43098.2-2023《水处理剂分析方法 第 2 部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱法 (ICPMS)》，采用岛津 ICP-MS 建立了聚合氯化铝水处理剂中砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜的测试方法，该方法检出限低，准确度高，分析速度快，适用于水处理剂中砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜的测试。

岛津应用云

