

LC-ICPMS 测定水中三丁基锡等四种有机锡化合物作业指导书 (SOP)

标准号：HJ 1074-2019

■ 参考标准

HJ 1074-2019 水质 三丁基锡等 4 种有机锡化合物的测定 液相色谱 - 电感耦合等离子体质谱法。

■ 方法概述

2.1 方法编制说明

HJ 1074-2019 规定了水中二苯基锡 (DPHT)、二丁基锡 (DBT)、三苯基锡 (TPHT)、三丁基锡 (TBT) 等四种有机锡化合物的高效液相色谱 - 电感耦合等离子体质谱 (LC-ICPMS) 联用测定方法。

2.2 方法使用范围

本方法适用于高效液相色谱 - 电感耦合等离子体质谱法 (LC-ICPMS) 测定水质中二苯基锡 (DPHT)、二丁基锡 (DBT)、三苯基锡 (TPHT)、三丁基锡 (TBT) 等四种有机锡化合物。

2.3 方法技术指标

表 1 直接进样法检出限和定量限

名称	直接法检出限和定量限 (µg/L)	
	检出限	定量限
二苯基锡 (DPHT)	1.3	5.2
二丁基锡 (DBT)	0.9	3.6
三苯基锡 (TPHT)	1.0	4.0
三丁基锡 (TBT)	1.4	5.6

■ 方法原理

样品中的有机锡化合物经液液萃取法富集或直接进样后, 用液相色谱柱分离, 电感耦合等离子体质谱仪测定。根据保留时间定性, 外标法定量。

■ 仪器设备及辅助设备

4.1 仪器设备

液相色谱仪, 电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 (配备有机进样系统)。

4.2 辅助设备

移液枪 / 移液管及其他实验室常用设备。

4.3 标准品、试剂、耗材

4.3.1 二苯基锡 (DPHT)、二丁基锡 (DBT)、三苯基锡 (TPHT)、三丁基锡 (TBT) 有证标准溶液。

4.3.2 C18 色谱柱: Shim-pack VP-ODS 5 µm, 4.6 mm×150 mm

4.3.3 乙腈, 乙酸, 三乙胺, 盐酸, 以上试剂优级纯或色谱纯。

4.3.4 流动相: 分别量取 65.0 mL 乙腈、12.0 mL 乙酸和 0.05 mL 三乙胺置于 100 mL 棕色玻璃容量瓶中, 用实验用水定容至 100 mL。

4.3.5 ICP-MS 调谐液 (Be、Co、Mn、Bi、Ce、In)

Be 浓度 10 ng/mL, Co 和 Mn 5 ng/mL, Bi、Ce 和 In 2 ng/mL, 含 1% HNO₃。

4.3.6 0.22 μm 聚四氟乙烯微孔滤膜, 高纯氩气、30% 氧氩混合气和氦气等。

■ 操作步骤

5.1 标准工作曲线制作

用 1% 盐酸溶液 (直接进样法) 将二苯基氯化锡 (DPHT)、二丁基氯化锡 (DBT)、三苯基氯化锡 (TPHT) 和三丁基氯化锡 (TBT) 标准溶液溶液 (4.3.1) 稀释成 0、5.00、10.0、20.0、50.0、100 μg/L 的标准系列, 贮存在棕色样品瓶中。

5.2 样品前处理

直接进样法: 用 50% 盐酸溶液调节样品 pH ≤ 2。取 1.0 mL 样品用 0.22 μm 聚四氟乙烯微孔滤膜过滤, 滤液收集在棕色样品瓶中, 再取 1.0 mL 乙腈洗涤该滤膜, 洗涤液合并于棕色样品瓶中, 待测。

5.3 仪器条件

LC-20Ai 和 ICPMS-2030 仪器分析条件见表 2~ 表 3。

表 2 液相色谱 LC-20Ai 条件

参数	设定值
色谱柱	Shim-pack VP-ODS 5 μm, 4.6 mm×150 mm
流动相	A 相: 34.5% 乙酸 +0.42% 三乙胺; B 相: 乙腈 (A:B=35:65)
流速	1.0 mL/min
柱温	30°C
进样量	20 μL
洗脱程序	等度洗脱

表 3 ICPMS-2030 条件

参数	设定值	参数	设定值
高频功率	1.40 kW	等离子体气	20.0 L/min
辅助气	0.50 L/min	载气	0.70 L/min
炬管类型	有机四重炬管	氩氧混合气 (30% O ₂)	0.15 L/min
雾化室	旋流雾化室	雾化室温度	-5°C
采样深度	5.0 mm	雾化器类型	同心雾化器

5.4 测定

5.4.1 仪器调谐

点燃等离子体后预热稳定 30 分钟左右, 使用 ICP-MS 调谐溶液 (4.3.5) 对仪器灵敏度、氧化物、双电荷等指标进行调谐认证, 相关指标满足要求后即可进行样品测试。

5.4.2 试样测定

吸取适量标准系列溶液注入液相色谱 - 电感耦合等离子质谱仪进行测定, 得到相应的色谱图, 以保留时间定性。记录峰面积, 以浓度与峰面积做线性回归绘制标准曲线; 相同条件测试空白、样品等。计算样品中有机锡含量。

5.4.3 结果计算与表示

试样中待测元素含量按照以下公式计算：

$$X = (\rho - \rho_0) \times f$$

式中：

X —— 试样中待测元素的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ —— 样品溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 —— 试样空白液中被测元素质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

f —— 试样稀释 / 浓缩系数；

计算结果保留三位有效数字。

岛津应用云

