

# 岛津 ICPMS-2030 系列搭载在线除盐装置测定海水中的多种金属元素

## ICPMS-199

**摘要：**使用在线除盐装置去除海水中高含量的 K、Na、Ca、Mg 等高含量基体元素，极大减少样品中的盐含量，实现 ICP-MS 长时间连续稳定地测试海水样品。本文使用该除盐装置和岛津 ICPMS-2030 系列联用，建立了海水中的 Al、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Tl、V 和 Zn 等 13 种金属元素的分析方法。分析结果表明，方法检出限低，准确度好，连续分析海水样品 6 小时，稳定性良好，适合海水中多种金属元素的同时检测及大批量样品分析。

**关键词：**在线除盐 ICP-MS 海水 金属元素

### 技术特点：

- ❖ 使用自动除盐系统，有效去除样品中的高盐分，实现 ICP-MS 的长时间稳定分析。
- ❖ 在线内标，实时校正。

海洋覆盖了地球大部分的区域，是人类和海洋生物重要的生存、活动场所。海洋生态是否遭到污染，海水中元素检测是重要的途径之一。海水元素检测的常规方法有无火焰原子吸收光度法测试 Cu、Pb、Cd、Ni 及总 Cr；火焰原子吸收测试 Zn 元素；原子荧光法测试 Se、As、Hg 等元素，多机种测试，耗费人力物力。电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）作为多元素分析方法，具有应用范围广、分析速度快、灵敏度高、线性范围宽等特点，能实现不同含量的多元素同时分析。海水中含盐量为 35 g/L 左右，高盐度易引起 ICP-MS 采样锥和截取锥锥口积盐、灵敏度急剧变化，同时基体形成的多原离子对相关元素测定造成较大的干扰影响。海水元素分析一般通过稀释法或者元素富

集和基体分离以减少含盐量，但是海水中过渡金属和重金属元素含量较低，稀释后无法检出；常规的基体分离与富集技术可以实现超痕量海水元素的分析，但是元素富集分离费力耗时，不利于大批量海水样品分析。

广州谱临晟科技有限公司开发的全自动除盐分离富集系统，可以在线去除海水中高含量的 K、Na、Ca、Mg 等高含量基体元素，极大减少样品中的盐含量，从而减少盐分在 ICP-MS 锥孔的积累，实现长时间连续稳定地测试海水样品。本文将此除盐装置和岛津 ICPMS-2030 系列联用，分析海水中的 Al、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Tl、V 和 Zn 等 13 种元素。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

ELSpe-2 PreCon 全自动除盐分离富集系统；岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

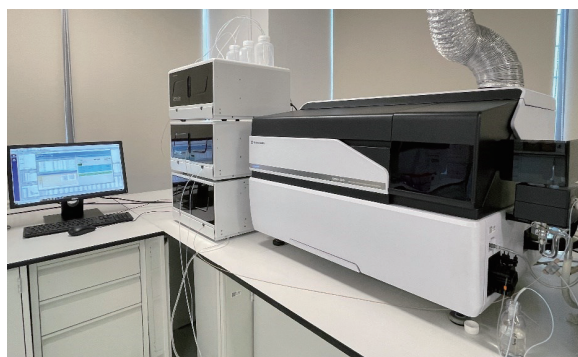
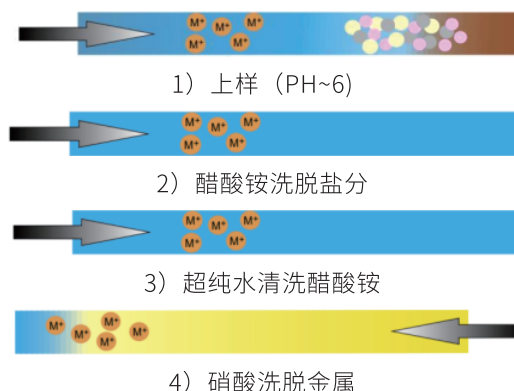


图 1 除盐分离富集系统 +ICPMS-2030 系列

## 1.2 自动除盐装置原理



自动除盐富集系统分析过程如下：（1）上样；（2）过除盐柱。螯合柱在 pH 约为 6 的醋酸铵环境下对 Na、K、Ca、Mg 等碱金属和碱土金属几乎没有保留，而对过渡金属、重金属和稀土金属等具有极强的亲和力；（3）冲柱。用去离子水把螯合柱上残留的盐分和醋酸铵洗去；（4）洗脱。用 pH 小于 1 的高纯硝酸反向把螯合柱上的金属洗脱下来，洗脱液进入 ICPMS，实现在线除盐富集的目的。

图 2 自动除盐原理

## 1.3 仪器分析条件

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
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## ■ 样品前处理

海水样品过 0.45 μm 水系滤膜后直接上机测试。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和轮廓图

使用 1% HNO<sub>3</sub> 将多元素溶液稀释为 0、0.10、0.50、1.0、2.0、5.0、10、20、50、100 μg/L 的标准序列，根据样品中元素实际情况调整标准曲线线性范围。内标元素 Sc、Ge、Y 浓度为 200 μg/L，在线加入。标准曲线见图 3~ 图 4。部分元素轮廓图见图 5~ 图 6。所有元素均使用氦气碰撞模式。

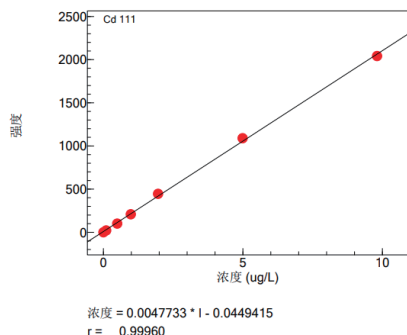


图 3 Cd 元素标准曲线

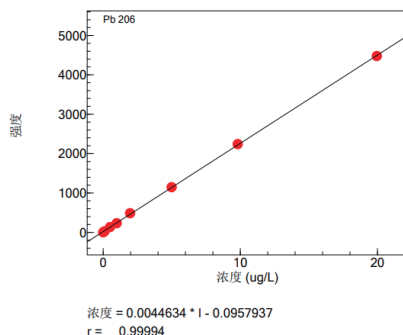


图 4 Pb 元素标准曲线

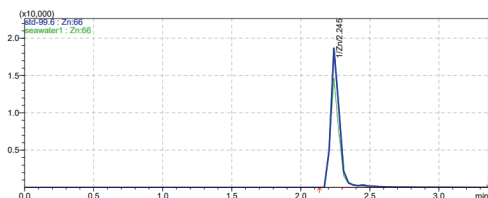


图 5 Zn 元素质量轮廓图

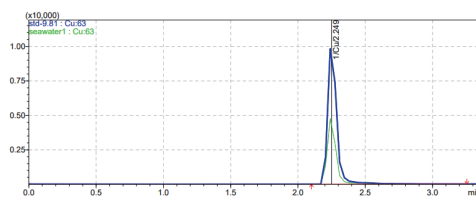


图 6 Cu 元素质量轮廓图

### 3.2 检出限考察

在进样体积为 900  $\mu\text{L}$  时, 对浓度为 1  $\mu\text{g/L}$  样品溶液考察镉、铬、铜、钴、铁、锰、镍、铅和锌元素的信噪比, 折算信噪比  $S/N=3$  时为仪器检出限以及  $S/N=10$  时为仪器定量限, 轮廓图见图 7, 结果见表 2:

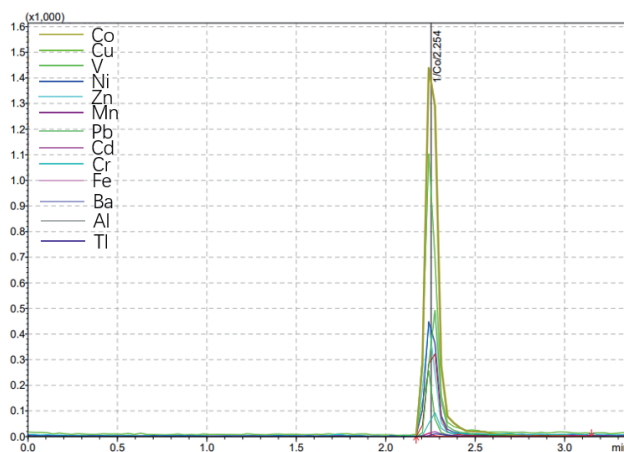


图 7 浓度 1  $\mu\text{g/L}$  的溶液质量轮廓图

表 2 灵敏度考察结果件

元素名称	质量数	仪器检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	仪器定量限 ( $\mu\text{g/L}$ )
Al	27	0.0929	0.3096
Ba	138	0.0336	0.1122
Cd	111	0.0006	0.0020
Cr	52	0.0440	0.1450
Cu	63	0.0042	0.0140
Co	59	0.0005	0.0016
Mn	55	0.0041	0.0140
Ni	60	0.0011	0.0037
Fe	57	0.1500	0.4900
Pb	206	0.0017	0.0058
Tl	203	0.0148	0.0494
V	51	0.0024	0.0079
Zn	66	0.0055	0.0180

### 3.3 海水标准样品分析结果

使用 ICPMS-2030 系列直接测定海水成分分析标准物质 GBW(E)080040 中的镉、铬、铜、铅和锌元素含量。以 25 $^{\circ}\text{C}$  时海水密度  $d=1.023 \text{ g/mL}$  计算。实验结果见表 3。

表 3 海水样品分析结果

元素	校正内标	标准值 (µg/kg)	测定结果 (µg/kg)	RSD%(n=6)
Cd	103Rh	1.00±0.06	1.05	1.43
Cr	--	5.0±0.4	4.6	2.58
Cu	72Ge	5.0±0.4	4.6	4.26
Pb	89Y	10.0±0.6	9.5	2.76
Zn	45Sc	70±3	70	4.73

### 3.4 稳定性考察

开机点火稳定后, 以近海水连续进样测定, 结果变化图见图 8, 用时 6 小时, 连续进样 77 次, 样品结果 RSD 在 10% 以内, 稳定性良好。

表 4 近海水测试结果

元素	质量数	测试值 (µg/L)	RSD (%; n=77)
Al	27	9.69	5.93
Ba	138	15.6	9.72
Cd	111	1.87	2.44
Co	59	2.45	5.52
Cr	53	1.60	8.75
Cu	63	1.64	9.81
Fe	57	2.98	9.82
Mn	55	2.97	3.17
Ni	60	3.18	6.01
Pb	206	2.92	4.81
Tl	203	2.00	9.48
V	51	4.32	2.54
Zn	66	11.6	4.09

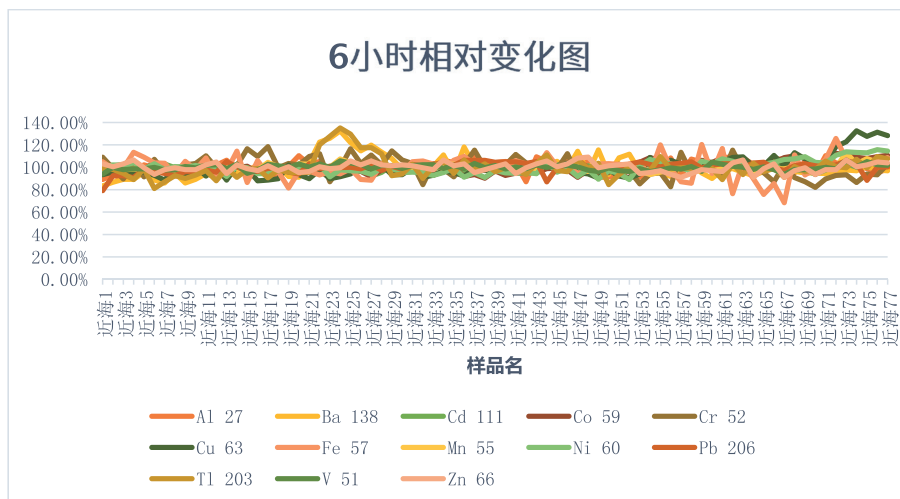


图 8 近海水样品 6 小时测试结果相对变化图

## ■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了海水中元素含量。该方法灵敏度高，多元素分析速度快，满足海水有毒有害元素含量的分析测定。岛津 ICPMS-2030 系列通过采用微型炬管、Eco 模式和工业氩气，可大幅度减少实验室的运行成本。全中文 LabSolutions ICPMS 智能化软件，操作简单，具备方法开发助手和结果诊断功能，缩短方法建立和数据处理时间。

岛津应用云



**岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心**  
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center