

ICP-MS 测定饮用水中碘元素含量

ICPMS-134

摘要：本文参照《生活饮用水中碘含量测定标准检验方法 - 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪（ICPMS-2030），测定了饮用水标准物质、市售桶装饮用水和市售瓶装饮用水中碘元素含量。实验结果表明，碘元素测定结果 RSD 小于 3.0%(n=3)，方法检出限为 0.017 $\mu\text{g/L}$ ，单次测量和重复测量 RSD 均小于 3.0%，加标回收率在 90.0%~95.2% 之间，符合标准要求。同时，碘标准物质 GBW09113a 和 GBW09114a 测定结果与标准值基本一致。仪器稳定性良好，灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用于饮用水中碘元素含量的检测。

关键词：饮用水 碘元素 ICP-MS

碘是具有重要生物效应的微量元素，也是人体必需的微量元素之一。碘与人体的生长发育、新陈代谢密切相关，特别对大脑的发育有很重要的作用，主要功能是促进甲状腺素的合成。

碘缺乏或过多时机体均会出现一系列的功能、形态和代谢障碍，严重的会导致脑损伤。中国是人群碘缺乏严重的国家之一，根据以往调查，地方性甲状腺肿病区的水中碘一般都低于 5 mg/L。反之，如果饮用水

中的碘含量大于 150mg/L，同样也会危害人体健康。因此，快速准确测定饮用水中的碘含量具有重要意义。

本文参照《生活饮用水中碘含量测定标准检验方法 - 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪（ICPMS-2030），测定了饮用水标准物质、桶装饮用水和瓶装饮用水中碘元素含量，同时进行了加标回收试验和重复性试验。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿，均使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用硝酸为优级纯；实验用水为去离子水。

碘元素标准溶液（1000 mg/L），美国 ULTRA Scientific；钪、锆、铈、钍、铀混合标准溶液（100 mg/L），美国 AccuStandard。

1.3 样品处理

参照《生活饮用水标准检验方法 水样的采集与保存》，取 10 mL 水样直接测定。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用0.25% 四甲基氢氧化铵配制I元素的标准溶液; 内标元素为 Ge, 浓度为 500 $\mu\text{g/L}$ 。标准溶液浓度见表 1。

表 1 分析元素质量数及标准溶液浓度

分析元素	质量数	标准曲线浓度 ($\mu\text{g/L}$)						
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
I	127	0	0.50	1.0	5.0	10	50	100

2.2 碘元素标准曲线如下

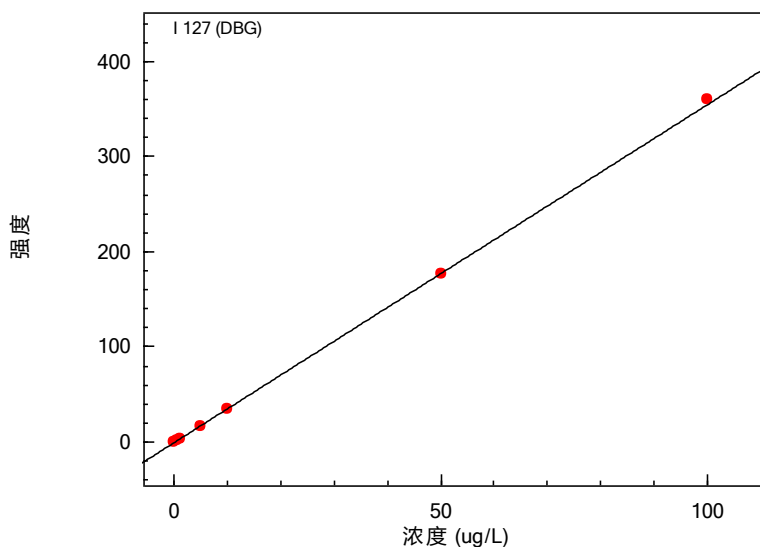


图 1 碘元素的标准曲线图

2.3 方法检出限

按照实验方法分别对标准曲线空白和方法空白进行 11 次测定, 以测定结果的 3 倍标准偏差计算方法检出限, 结果见表 2。

表 2 校准系数、仪器检出限和方法检出限

元素	校准系数	权重	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)
I	0.99975	1/I	0.017

2.4 精密度

以精密度考察方法的重现性, 选择不同类型的水样, 进行精密度实验。测定结果见表 3, 对于不同类型不同浓度的样品相对标准偏差 RSD 小于 3%, 符合标准要求。

表 3 精密度实验结果

样品	平行测定结果 ($\mu\text{g/L}$)			平均值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD% (n=3)	标准要求
GBW09113a	8.92	8.86	8.67	8.82	0.13	<5%
GBW09114a	63.1	62.3	62.1	62.5	0.53	
桶装饮用水	0.088	0.091	0.090	0.090	1.70	
瓶装饮用水	0.86	0.84	0.83	0.84	1.81	

2.5 准确性

采用所建方法测定国家碘缺乏病参照实验室研制的水中碘成分分析标准物质，测定值在标准范围内，结果见表 4。

表 4 标准物质测定结果

标准物质	碘测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	单次测定 RSD(%，n=3)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	重复测定 RSD(%，n=3)	标准值 (mg/kg)
GBW09113a	8.92	0.47	8.82	0.13	8.8 \pm 1.2
	8.86	0.86			
	8.67	0.53			
GBW09114a	63.1	0.58	62.5	0.53	60 \pm 6
	62.3	0.78			
	62.1	1.26			

选择待测样品，进行不同浓度水平的加标回收实验。结果见表 5，对于样品不同浓度的加标回收率为 90.0%~95.4%，符合标准要求。

表 5 加标回收率测定结果

样品	本底值 ($\mu\text{g/L}$)	加标值 ($\mu\text{g/L}$)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	标准要求	
桶装饮用水	0.090		1.98	94.5	85%~117%	
			2.0	1.89		90.0
			1.95	93.0		
			4.76	93.4		
			5.0	4.86		95.4
		4.85	95.2			

2.6 样品结果

取市售桶装饮用水和瓶装饮用水，使用 ICPMS-2030 直接测定，测定结果见表 6。单次测定的 RSD 小于 3%，重复测定 RSD 为 1.70~1.81%，符合标准要求。

表 6 市售饮用水测定结果

元素	碘测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	重复测定 RSD(%, n=3)
桶装饮用水	0.088	3.86	0.090	1.70
	0.091	2.33		
	0.090	2.10		
瓶装饮用水	0.86	2.89	0.84	1.81
	0.84	2.76		
	0.83	2.25		

■ 结论

参照《生活饮用水中碘含量测定标准检验方法 - 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 (ICPMS-2030) 测定了饮用水标准物质、市售桶装饮用水和瓶装饮用水中碘元素含量。碘标准物质 GBW09113a 和 GBW09114a 测定结果与标准值基本一致，桶装饮用水和瓶装饮用水测定 RSD 小于 3%，重复测定 RSD 为 1.70~1.81%，加标回收率为 90.0%~95.2%。该方法灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用于饮用水中碘元素的检测。

岛津应用云

