

# ICPMS-2030 元素间校正 (IEC) 法分析 蒙脱石散中砷含量

## ICPMS-065

**摘要：**本文探索了在存在复杂双电荷离子干扰时，如何利用岛津 ICPMS-2030 软件元素间校正 (IEC) 功能快速实现干扰校正，获得准确的测定结果。实验表明，在存在多个元素的双电荷离子同时对砷存在干扰时，岛津软件自带的元素间校正 (IEC) 功能可以实现准确的干扰去除，获得满意的测定结果。

**关键词：**双电荷离子 蒙脱石散 IEC 元素间校正 砷

蒙脱石散是一种常见的腹泻治疗药物。在 ICP-MS 法分析蒙脱石散中砷含量时，由于蒙脱石散中含有一定量的 Nd 和 Sm，Nd 和 Sm 均存在质量数为 150 的同位素，导致 Nd 和 Sm 的双电荷离子 ( $^{150}\text{Nd}^{2+}$  和  $^{150}\text{Sm}^{2+}$ ) 对  $^{75}\text{As}^+$  的测定存在干扰。由于砷仅有一个同位素，而去除干扰元素在方法上又是很难实现的，所以

蒙脱石散中砷的准确分析非常困难。

本文利用岛津 ICPMS-2030 仪器软件自带的元素间校正 (IEC) 功能，同时对 Nd 和 Sm 双电荷离子对砷的干扰进行在线校正，实现了蒙脱石散中低含量砷的准确定量。

## 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

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，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；实验所用  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品处理

精确称取约 0.2 g 样品于微波消解罐中，加入 2 mL 硝酸，1 mL 硫酸，1 mL 磷酸，1 mL 氢氟酸，升温至 220°C，保持 20 min。冷却后取出用超纯水定容至 100 mL。

### 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

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

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

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

通过定性分析得到样品溶液中干扰元素的种类和含量，配制和样品中含量接近 Nd 和 Sm 标准溶液，配制 As 元素标准溶液。

### 2.2 干扰元素的确定

图 1 为样品的质量轮廓图，通过干扰查看界面可以判断，质量数为 150 的某种离子含量较高，其双电荷离子很可能干扰到砷的测定。通过查看元素周期表可以得到可能的干扰元素，即为 Nd 和 Sm。图 2 为样品中浓度接近的 Nd 和 Sm 混合标液的质量轮廓图，其中没有 As 元素。通过对比可知，Nd 和 Sm 的双电荷离子干扰了 As 的测定。

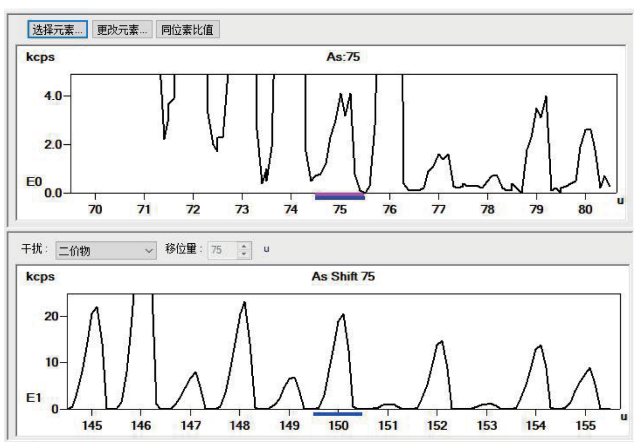


图1 蒙脱石散轮廓样品质量

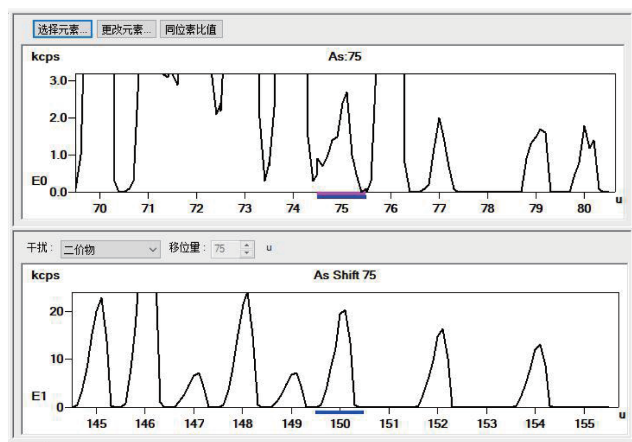


图2 100 ppb Nd与20 ppb Sm的混合标液轮廓

### 2.3 IEC 设定方法

设定分析元素 As 后，进入“元素间校正”设定界面，分别选择干扰元素的测定质量（使用无干扰的质量数且存在比率大的），如图 3。设定 As 元素的标准曲线浓度后进入“元素间校正样品设定”界面，设定所用的 IEC 校正溶液浓度，如图 4。然后登记样品后开始测定即可。



图3 元素间校正设定

No.	分类	次数	样品名	位置	采样量	制备量	因子
1	IEC1	3	空白	001	1.000000	1.000000	1.000000
2	IEC2	3	Nd 100ppb	002	1.000000	1.000000	1.000000
6	IEC3	3	Sm 20ppb	003	1.000000	1.000000	1.000000
7	CAL1	3	STD1	004	1.000000	1.000000	1.000000
8	CAL4	3	STD2	005	1.000000	1.000000	1.000000
9	CAL5	3	STD3	006	1.000000	1.000000	1.000000
10	UNK	3	蒙脱石	001	1.000000	1.000000	1.000000
11	UNK	3	蒙脱石加标	001	1.000000	1.000000	1.000000
12	UNK	3	Nd-100ppb-Sm20ppb	001	1.000000	1.000000	1.000000
13							

图4 元素间校正样品登记

## 2.4 IEC 校正结果

蒙脱石散样品及与样品中浓度接近的 Nd 和 Sm 混合标液校正前后测定结果如表 1. 由此可见, 在没有 IEC 校正的情况下, 不含有砷的 Nd、Sm 混合标液的测定中, 由于双电荷离子的干扰, 导致其得到一个失真的测定结果, 经过 IEC 校正, 其测定结果符合实际情况的同时, 蒙脱石散样品的测定结果也明显低于没有经过 IEC 校正时的测定结果。

表1 样品中As元素干扰校正前后结果比对

测定样品	IEC校正前		IEC校正后	
	测定浓度 (µg/L)	RSD (n=3, %)	测定浓度 (µg/L)	RSD (n=3, %)
蒙脱石散	6.85	1.07	3.12	1.70
混标*	4.69	1.43	ND	--

\* : 100 ppb Nd与20 ppb Sm的混合标液

ND : 未检出

## 2.5 加标回收率

根据测定蒙脱石散测定浓度进行加标回收实验, 加标回收率见表 2.

表2 蒙脱石散样品As元素加标回收测定结果

样品	测定结果 (µg/L)	加标浓度 (µg/L)	测定浓度 (µg/L)	加标回收率 (%)
蒙脱石散	3.12	4.00	7.67	113.7

## 结论

蒙脱石散中由于含有较高含量的 Sm、Nd, 其双电荷离子 ( $^{75}\text{Nd}^{2+}$  和  $^{75}\text{Sm}^{2+}$ ) 干扰了蒙脱石散中 As 的测定。利用操作软件自带的元素间校正 (IEC) 功能, 有效的对双电荷离子干扰进行校正后, As 元素的测定获得满意的结果。