

# ICPMS-2030 测定矿渣类固体废弃物中的金属元素含量

## ICPMS-015

**摘要：**参考标准《固体废物金属元素的测定电感耦合等离子体质谱法》(HJ 766-2015)，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了矿渣类固体废弃物样品中的金属元素含量，并进行加标回收率验证。实验结果表明，该方法线性范围宽，灵敏度高，定量准确，可满足固体废物类样品中多种金属元素含量的测定要求。

**关键词：**矿渣 固体废弃物 ICPMS-2030 金属元素

固体废弃物是伴随着人类的生产生活过程而产生的，俗称“垃圾”。随着人类社会的不断发展进步，固体废弃物所带来的社会问题越来越突出。固体废弃物处理不当会对土壤、水体和空气造成严重污染，特别是固废中的重金属成分，可在环境中累积，严重威胁生物健康。因此，对固体废弃物中的金属元素进行准确测定对于掌握和评价废弃物成分和采取妥善的处理措施具有重

要意义。环境保护部颁布了标准《固体废物金属元素的测定电感耦合等离子体质谱法》(HJ 766-2015)，为有效测定固体废弃物中的金属元素含量提供了有力依据。

本文参考标准的方法，采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定矿渣废弃物样品中的金属元素含量，具有线性范围宽，灵敏度高，可实现元素同时测定等优点。

### 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，干燥后备用；实验所用的  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HF}$  和  $\text{H}_2\text{O}_2$  均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 样品前处理

准确称取 0.1 g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，依次加入 1 mL  $\text{HCl}$ 、4 mL  $\text{HNO}_3$ 、1 mL  $\text{HF}$  和 1 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，盖上消解罐盖，放入微波消解仪消解。按标准推荐的升温程序进行消解后冷却至室温，打开消解罐，将消解罐置于电热板上加热赶酸至溶液近干，用 1%  $\text{HNO}_3$  溶液将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，并定容至刻线，摇匀，待测。

#### 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℃

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

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1% $\text{HNO}_3$  的各种元素系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中，配制浓度如表 1 所示。内标元素为  $^{45}\text{Sc}$ 、 $^{89}\text{Y}$ 、 $^{103}\text{Rh}$  和  $^{165}\text{Ho}$ ，浓度均为 50  $\mu\text{g/L}$ 。

表1 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度( $\mu\text{g/L}$ )					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Ag	107	0	1	2	5	10	20
Ba	137	0	10	20	50	100	200
Be*	9	0	2	5	10	20	50
Cd	111	0	1	2	5	10	20
Cr	53	0	10	20	50	100	200
Cu	63	0	2	5	10	20	50
Mo	98	0	5	10	20	50	100
Pb	208	0	1	2	5	10	20
Rb	85	0	1	2	5	10	20
Sb	121	0	1	2	5	10	20
Se	82	0	5	10	20	50	—
Sn	118	0	1	2	5	10	20
Sr	88	0	1	2	5	10	20
Ti	47	0	5	10	20	50	100
Tl	205	0	1	2	5	10	20
U	238	0	1	2	5	10	20
V	51	0	1	2	5	10	20
Zn	68	0	20	50	100	200	500

注：\*为不使用氦气 碰撞模式

### 2.2 部分元素标准曲线如下：

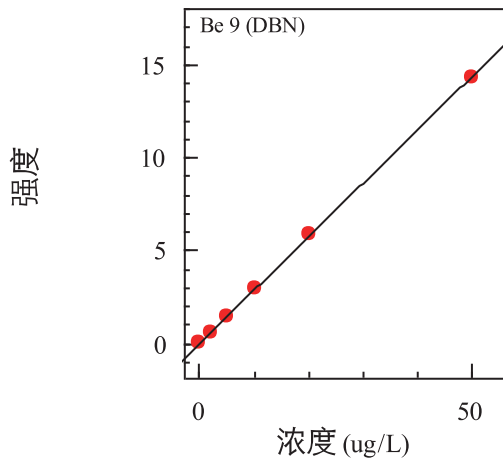


图1 Be元素的标准曲线  $r=1.0000$

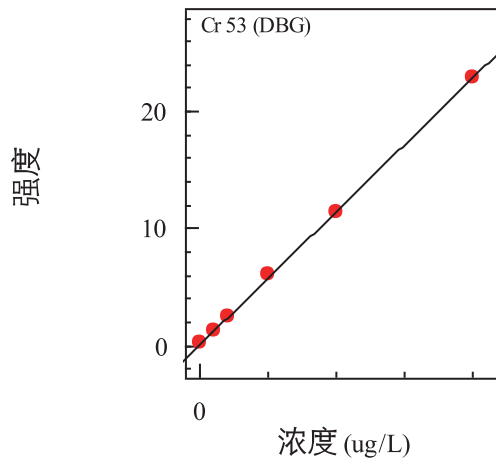


图2 Cr元素的标准曲线  $r=0.99992$

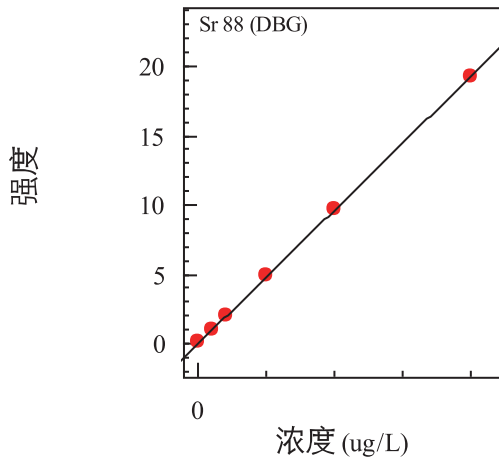


图3 Sr元素的标准曲线  $r=0.99999$

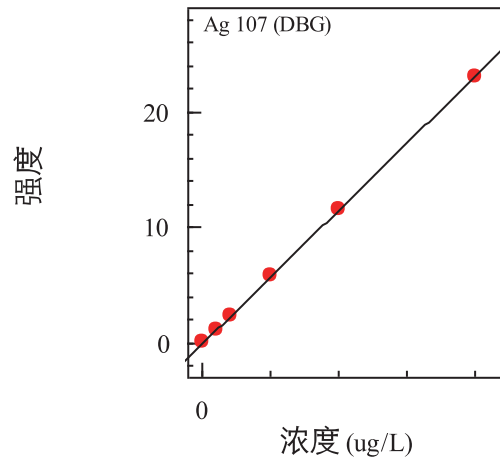


图4 Ag元素的标准曲线  $r=1.0000$

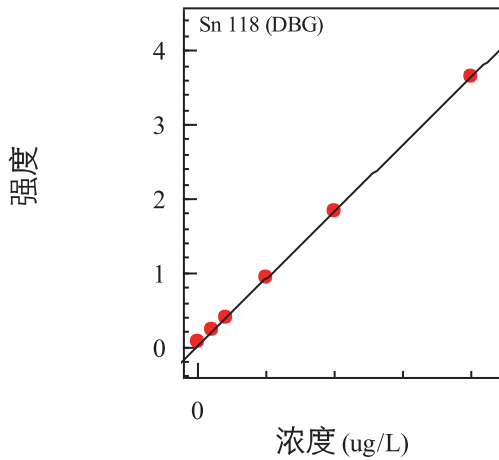


图5 Sn元素的标准曲线  $r=0.99997$

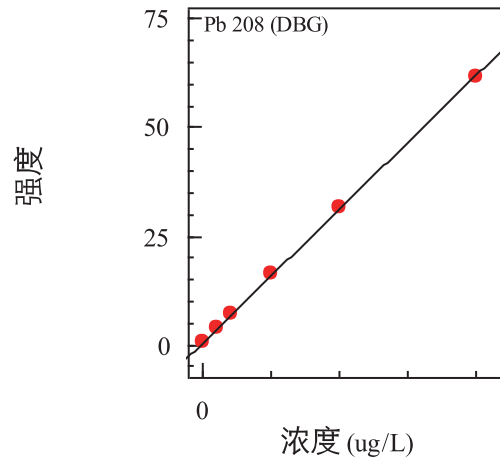


图6 Pb元素的标准曲线  $r=0.99990$

### 2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等。ICPMS-2030的八极杆碰撞池可通过引入氦气碰撞来有效地消除干扰。另外，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素进行综合判断，可提高分析效率并保证结果的准确性。

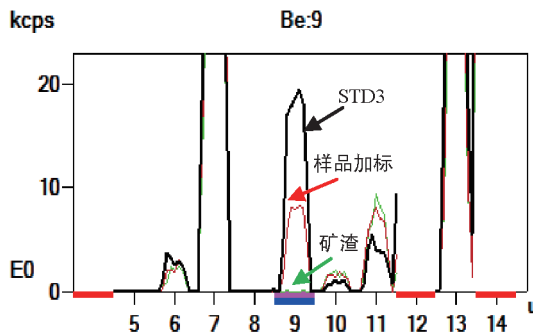


图7 Be元素的质量轮廓图

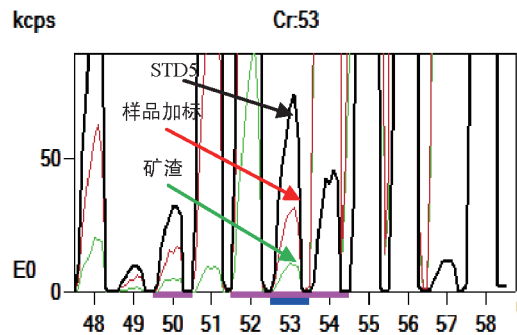


图8 Cr元素的质量轮廓图

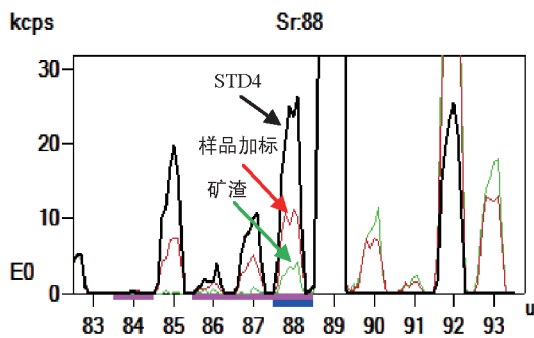


图9 Sr元素的质量轮廓图

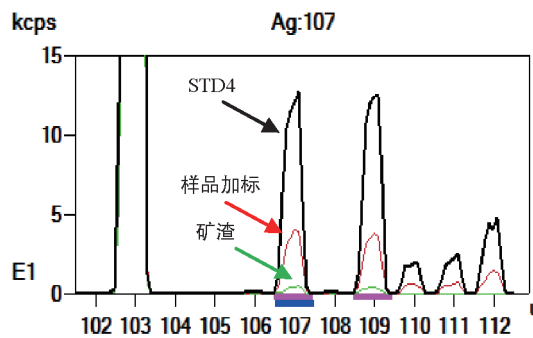


图10 Ag元素的质量轮廓图

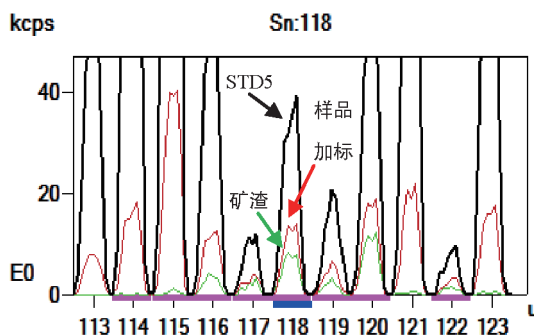


图11 Sn元素的质量轮廓图

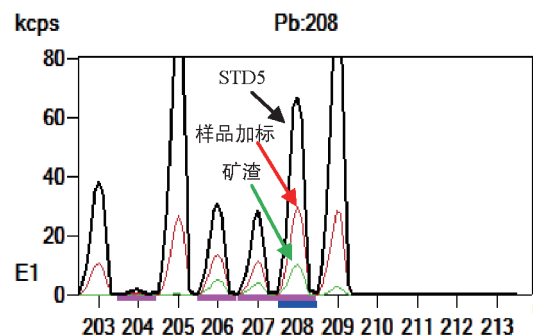


图12 Pb元素的质量轮廓图

## 2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，依据标准《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ168-2010) 中检出限计算公式  $MDL=t_{(n-1,0.99)} * S$ ，并根据样品处理方法计算方法检出限，结果列于表 2。

表2 方法检出限

元素	仪器检出限( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限( $\text{mg/kg}$ )
Ag	0.007	0.0035
Ba	0.06	0.03
Be*	0.006	0.003
Cd	0.005	0.0025
Cr	0.26	0.13
Cu	0.66	0.33
Mo	0.02	0.01
Pb	0.009	0.0045
Rb	0.009	0.0045
Sb	0.008	0.004
Se	1.5	0.75
Sn	0.04	0.02
Sr	0.03	0.015
Ti	0.38	0.19
Tl	0.001	0.0005
U	0.002	0.001
V	0.04	0.02
Zn	0.17	0.09

注：\*为不使用 氦气 碰撞模式

## 2.5 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定固废样品中的金属元素含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 3。

表3 固废分析结果

元素	校正内标	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 ( $\mu\text{g/g}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(% (n=3)	加标回收率 (%)
Ag*	$^{103}\text{Rh}$	0.40	0.20	5	5.18	0.40	95.6
Ba	$^{103}\text{Rh}$	95.6	47.8	50	153	1.80	114
Be*	$^{45}\text{Sc}$	N.D.	N.D.	10	8.1	—	81.0
Cd	$^{103}\text{Rh}$	0.11	0.06	5	5.34	1.87	105
Cr	$^{89}\text{Y}$	49.1	25.6	50	105	1.35	112
Cu	$^{103}\text{Rh}$	18.3	9.2	10	27.4	2.14	91.0
Mo	$^{103}\text{Rh}$	32.7	16.4	50	89.3	1.09	113
Pb	$^{103}\text{Rh}$	5.16	2.6	5	14.3	0.45	91.4
Rb	$^{89}\text{Y}$	0.14	0.07	5	5.19	1.82	101
Sb	$^{103}\text{Rh}$	0.22	0.11	5	5.48	0.53	105
Se	$^{103}\text{Rh}$	6.33	3.2	10	15.7	1.05	93.7
Sn	$^{103}\text{Rh}$	6.19	3.1	5	11.1	1.46	98.2
Sr	$^{89}\text{Y}$	1.66	0.83	5	6.38	0.80	94.4
Ti	$^{89}\text{Y}$	44.0	22.0	50	92.3	2.98	96.6
Tl	$^{103}\text{Rh}$	N.D.	N.D.	5	5.04	—	101
U	$^{165}\text{Ho}$	0.11	0.06	5	4.61	1.79	90.0
V	$^{89}\text{Y}$	7.86	3.9	5	13.4	0.98	111
Zn	$^{103}\text{Rh}$	429	214	50	482	0.73	106

注：1、\*为不使用氦气 碰撞模式；2、N.D.表示 未检出。

## 结论

使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了固体废弃物中的 18 种金属元素含量。实验结果表明，本方法线性范围宽，灵敏度高，样品加标回收率好 (81.0%~114%)，分析精密度高 (RSD~3.0%)，结果可靠，完全满足固体废弃物中金属元素的定量分析要求。