

ICP-MS 测定生活饮用水中金属和类金属的含量

ICPMS-231

摘要: 参考 GB/T 5750.6-2023《生活饮用水标准检验方法 第 6 部分: 金属和类金属指标》及 GB/T 5750.3-2023《生活饮用水标准检验方法 第 3 部分: 水质分析质量控制》, 使用岛津 ICPMS-2050LF 型电感耦合等离子体质谱仪测定生活饮用水中多种金属及类金属的含量。实验结果表明, 该方法操作简单, 检出限低, 定量准确, 线性范围宽, 可满足生活饮用水中多种金属及类金属含量的同时分析。

关键词: ICP-MS 生活饮用水 金属和类金属

技术特点:

- ❖ 使用 Mini 炬管, 低氦气消耗条件下获得准确、稳定的定量分析结果;
- ❖ 反应模式提高了 K 的灵敏度

生活饮用水是指供人生活的饮水和生活用水, 安全的饮用水是人类健康的基本保障, 是关系国计民生的重要公共健康资源。新版《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 从 2023 年 4 月 1 日起正式实施, 是我国开展饮用水水质监督管理的重要依据。

为了保证饮用安全, 要求生活饮用水中所含的化学物质不应危害人体健康, 对人体不造成急性中毒、慢性中毒和远期危害。水质中各元素含量高低不一, 卫生评价需要检测的无机元素较多, 电感耦

合等离子体质谱法 (ICP-MS) 具有方法简单、快捷、灵敏度高、准确性好、线性范围宽、可实现多元素同时分析的特点。

本文参考 GB/T 5750.6-2023《生活饮用水标准检验方法 第 6 部分: 金属和类金属指标》及 GB/T 5750.3-2023《生活饮用水标准检验方法 第 3 部分: 水质分析质量控制》, 使用岛津 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪测定生活饮用水中的多种金属及类金属的含量的同时分析。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

表 1 ICP-MS 仪器配置

仪器	:	ICPMS-2050 LF
雾化器	:	同心雾化器
雾化室	:	旋流雾化室
炬管	:	Mini 炬管
采样锥	:	镍锥
截取锥	:	镍锥
内标元素加入方法	:	内标组件

1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

表 2 ICP-MS 分析条件

高频功率	: 1.20 kW	雾化室温度	: 5°C
等离子体气流速	: 9.0 L/min	池气体	: He/H ₂
辅助气流速	: 1.10 L/min	气体流速	: He: 6 mL/min H ₂ : 7 mL/min
载气流速	: 0.85 L/min	池电压	: -21 V
稀释气	: 0 L/min	能量过滤器电压	: 7.0 V
采样深度	: 5.0 mm		

1.3 样品前处理

取适量样品用 1% 硝酸溶液酸化，然后直接上机分析。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

标准溶液：使用 1% HNO₃ 配制混合标准溶液，标准溶液浓度见表 3。

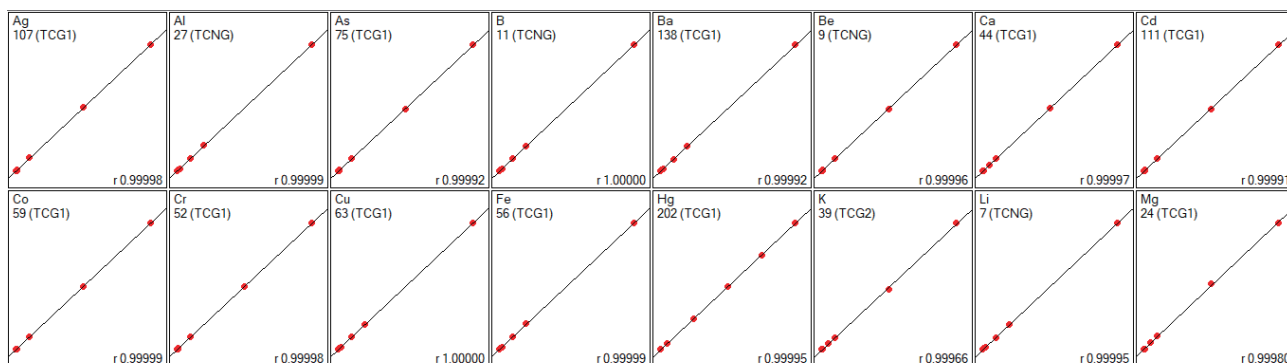
内标溶液：用 1% 硝酸溶液配制 Sc、Ge、In、Bi、Y 混合内标溶液，用内标组件在线加入。

表 3 标准溶液系列 (μg/L)

分析元素	标准溶液浓度 (μg/L)											
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9	STD10	
As, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, Th, U, V	0	0.10	0.50	1.00	--	10.0	--	50.0	--	100	--	
Al, B, Ba, Cu, Fe, Mn, Ti, Zn	0	--	--	--	5.00	10.0	--	50.0	--	100	500	
Li*, Sr*	0	--	--	--	--	0.10	--	0.50	--	1.00	5.00	
Ca*, Mg*, K*, Na*	0	--	0.50	--	5.00	10.0	--	50.0	--	100	--	
Hg	0	--	--	--	0.10	--	0.50	1.00	1.50	2.00	--	

注：* 的浓度单位为 mg/L。

2.2 标准曲线



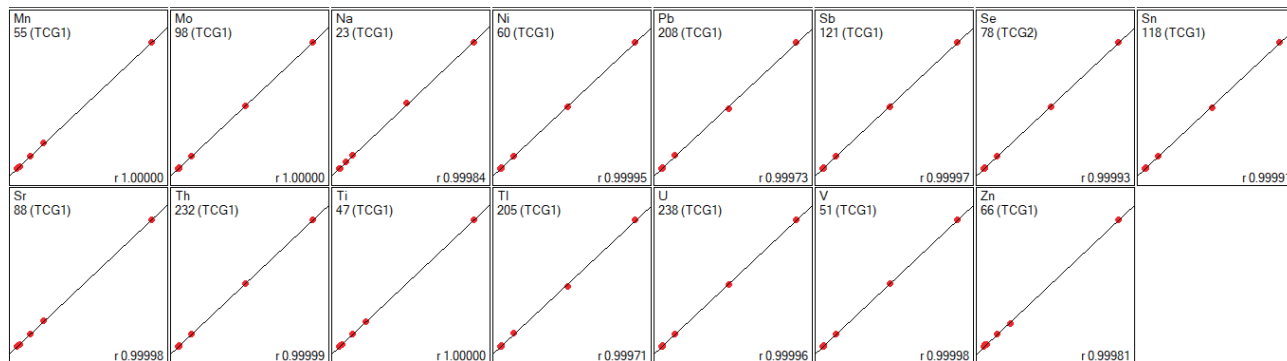


图 1 31 种元素标准曲线

2.3 检出限考察

参考 GB/T 5750.3-2023《生活饮用水标准检验方法 第 3 部分：水质分析质量控制》方法检出限计算方法，使用样品空白溶液测定 11 次，计算方法检出限，求出方法定量限，结果见表 4，31 种元素的方法定量限均小于标准要求的最小测定浓度。

表 4 检出限和定量限

分析元素	池气体	内标元素	方法检出限 (μg/L)	方法定量限 (μg/L)	最小测定浓度 (μg/L)
¹⁰⁷ Ag	He	¹¹⁵ In	0.005	0.02	0.09
²⁷ Al	no gas	⁴⁵ Sc	0.038	0.2	1.2
⁷⁵ As	He	⁷⁴ Ge	0.012	0.04	0.09
¹¹ B	no gas	⁴⁵ Sc	0.075	0.3	1
¹³⁸ Ba	He	¹¹⁵ In	0.023	0.07	0.3
⁹ Be	no gas	⁴⁵ Sc	0.004	0.02	0.03
⁴⁴ Ca	He	⁴⁵ Sc	1	4	20
¹¹¹ Cd	He	¹¹⁵ In	0.007	0.03	0.06
⁵⁹ Co	He	⁴⁵ Sc	0.003	0.01	0.03
⁵² Cr	He	⁴⁵ Sc	0.018	0.06	0.1
⁶³ Cu	He	⁷⁴ Ge	0.015	0.05	0.09
⁵⁶ Fe	He	⁴⁵ Sc	0.17	0.5	0.9
²⁰² Hg	He	²⁰⁸ Bi	0.006	0.02	0.07
³⁹ K	H ₂	⁴⁵ Sc	0.5	2	3
⁷ Li	no gas	⁴⁵ Sc	0.004	0.02	0.6
²⁴ Mg	He	⁴⁵ Sc	0.2	0.7	0.9
⁵⁵ Mn	He	⁴⁵ Sc	0.015	0.05	0.06
⁹⁸ Mo	He	⁸⁹ Y	0.008	0.03	0.06
²³ Na	He	⁴⁵ Sc	3	7	20

⁶⁰ Ni	He	⁴⁵ Sc	0.017	0.06	0.1
²⁰⁸ Pb	He	²⁰⁸ Bi	0.005	0.02	0.07
¹²¹ Sb	He	¹¹⁵ In	0.009	0.03	0.07
⁷⁸ Se	H ₂	⁷⁴ Ge	0.019	0.06	0.1
¹¹⁸ Sn	He	¹¹⁵ In	0.012	0.04	0.09
⁸⁸ Sr	He	⁸⁹ Y	0.008	0.03	0.09
²³² Th	He	²⁰⁸ Bi	0.006	0.02	0.06
⁴⁷ Ti	He	⁴⁵ Sc	0.03	0.1	0.4
²⁰⁵ Tl	He	²⁰⁸ Bi	0.0008	0.003	0.01
²³⁸ U	He	²⁰⁸ Bi	0.0006	0.002	0.04
⁵¹ V	He	⁴⁵ Sc	0.009	0.03	0.07
⁶⁶ Zn	He	⁷⁴ Ge	0.074	0.3	0.9

2.4 样品分析结果及准确度考察

按照方法对饮用水中 31 种元素进行分析，根据元素含量，进行不同浓度的加标实验，实验结果见表 5。

表 5 饮用水分析结果及加标回收率

分析元素	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%, n=9)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
¹⁰⁷ Ag	N.D.	--	1.00	1.00	99.6
²⁷ Al	40.0	0.92	50.0	92.7	105
⁷⁵ As	0.56	2.47	1.00	1.58	102
¹¹ B	19.7	2.75	10.0	30.0	103
¹³⁸ Ba	97.3	0.38	50.0	151	107
⁹ Be	0.06	0.57	0.10	0.16	100
⁴⁴ Ca*	39.9	0.01	10.0	50.5	106
¹¹¹ Cd	0.30	3.99	1.00	1.31	101
⁵⁹ Co	0.15	1.40	1.00	1.17	102
⁵² Cr	1.96	0.83	1.00	2.97	101
⁶³ Cu	52.4	1.36	50.0	101	97.2
⁵⁶ Fe	35.7	1.32	50.0	85.1	98.9
²⁰² Hg	N.D.	--	0.50	0.49	97.6
³⁹ K*	2.13	0.24	10.0	11.8	96.7
⁷ Li	13.0	0.72	10.0	22.5	94.7
²⁴ Mg*	13.5	0.35	10.0	24.8	113
⁵⁵ Mn	3.06	0.53	10.0	13.1	100
⁹⁸ Mo	2.67	0.47	1.00	3.69	102
²³ Na*	13.8	0.91	10.0	25.2	114
⁶⁰ Ni	16.3	1.04	10.0	26.4	101

²⁰⁸ Pb	7.13	0.11	10.0	17.5	104
¹²¹ Sb	4.75	0.33	10.0	15.1	104
⁷⁸ Se	0.36	1.17	1.00	1.42	106
¹¹⁸ Sn	0.11	2.37	1.00	1.12	101
⁸⁸ Sr	246	0.38	50.0	300	109
²³² Th	0.08	10.37	1.00	1.00	92.2
⁴⁷ Ti	0.24	2.27	1.00	1.31	107
²⁰⁵ Tl	N.D.	--	0.10	0.11	113
²³⁸ U	0.98	0.10	1.00	2.14	116
⁵¹ V	0.56	2.49	1.00	1.59	103
⁶⁶ Zn	525	0.70	50.0	577	105

注：N.D. 表示未检出；* 元素浓度单位为 mg/L

2.5 稳定性考察

对饮用水样品进行 3 小时的分析，每隔半个小时分析 CCV（连续校准溶液，10 μg/L）样品，以确认标准曲线的有效性 & 仪器的长期稳定性，3 小时 CCV 的回收率见图 2，其回收率在 90%-110% 之间。

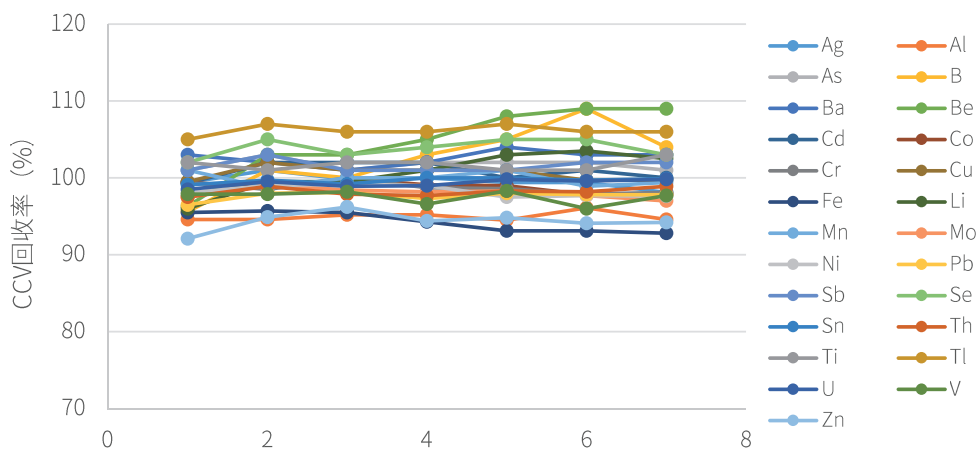


图 2 3 小时样品分析 CCV (10 μg/L) 回收率

■ 结论

本文参考 GB/T 5750.6-2023《生活饮用水标准检验方法 第 6 部分：金属和类金属指标》及 GB/T 5750.3-2023《生活饮用水标准检验方法 第 3 部分：水质分析质量控制》，使用 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪建立了快速准确测试饮用水中 31 种元素的分析方法。该方法准确度高，检出限低，稳定性好，适用于饮用水中多元素同时分析。

岛津应用云

