

Agilent 7500c ICP-MS — 满足世界级 饮用水法规痕量金属分析需求

应用

环境应用

作者

Steven Wilbur, Emmett Soffey
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610
USA

摘要

Agilent 7500c ICP-MS可以满足世界级饮用水法规痕量金属分析要求。对于那些因浓度较高或较低、或存在某些干扰从而采用GFAA或ICP-OES不能分析的元素，现只用一次分析就可以完成所有元素的测定。

引言

事实上，所有发达国家都在采用一些法规公约监控并维持公共水体系的质量。在美国，水的质量由国家环境保护署 (USEPA) 1974年规定的的饮用水安全法规监控。在欧盟，饮用水由导则98/83/EC，1998年11月3日通过的人类生活用水质量法规 (*Quality of Water Intended for Human Consumption*) Council Directive 98/83/EC监控。在日本，饮用水质量的监控遵循日本饮用水条例 (Japan Water Supply Act)，该条例于1957年制定，2001年又进行了较大程度的更新。世界

上其它发达国家多采用世界卫生组织 (WHO) 提出的饮用水标准，即饮用水质量准则 (*Guidelines for Drinking Water Quality, 1996, 1998*)，或采用美国EPA标准。虽然上述标准中要求的痕量金属元素和浓度略有不同，但总体上差异不大。它们都要求对饮用水中多种有毒金属的最低实际限量进行可靠精确测定。本文采用配有八极杆反应池技术的Agilent 7500c ICP-MS系统同时测定饮用水中的痕量金属，方法简便可靠，灵敏度高，满足国际饮用水法规的要求。

美国法规

在美国，公共饮用水质量的监控遵循1974年制定的饮用水安全法规 (Safe Drinking Water Act)。美国的饮用水安全法规 (SDWA) 最初由国会通过，通过监控国家公共饮用水源来保护公众健康。该法规于1986和1996年得到修订，要求采取多项措施保护饮用水及其水资源，如河流、湖泊、水库、泉水以及地下水井（私有水井不在SDWA监管之内，因为这些水井用水人数不到25人）。SDWA批准USEPA建立国家饮用水健康标准，以预防饮用水自然或人为污染问题。这些国家饮用水基本标准包括污染物最高标准(MCLG)，低于此标准不会导致已知的或可能的健康风险。根据



Agilent Technologies

这些MCLG值，EPA确定强制性的污染物最高允许量标准 (MCLs)。MCLs标准的制定尽可能与MCLGs接近，而且充分考虑到了现有分析技术与运行成本的可行性。上述标准根据技术的不断发展被定期复审与更新。

日本法规

日本饮用水质量的监控遵循日本水源法规 (Japan Water Supply Act)，该法规于1957年首次颁布，其质量标准随后一年出台。目前该标准规定了17种金属元素的最高允许浓度 (MAC) 监控着97%以上人口的饮用水质量，为确保痕量元素的准确测定，该标准要求方法检测下限为最高允许浓度 (MAC) 的十分之一。为此，饮用水检测方法于2001年进行了修订，其中包括采用

ICP-MS分析17种金属元素中的14种。采用ICP-MS法避免了ICP-OES法为满足检出限要求所必需的费时费力的样品预富集工作。

欧盟法规

目前，欧盟水质量的监控遵循导则80/778/EEC。该导则适用于人类生活用水，天然矿泉水或医学用水除外。2003年12月，该导则废止并由于1998年12月25日生效的有关人类生活用水质量导则98/83/EC取代。该标准很大程度上参照了世界卫生组织的饮用水标准¹。欧共体成员国必须完全遵守此规则，在此基础上允许其执行地方性法规和强制性措施。因此，目前欧洲尚无统一的水中痕量元素分析法规。

¹有关饮用水质量的世界卫生组织导则和国际标准，1998。

表1. WHO推荐标准，欧盟、日本以及美国EPA饮用水标准中痕量金属元素浓度

待测元素	世界卫生组织标准 (mg/L)	98/83/EC 欧盟标准 (mg/L)	日本 饮用水标准 (mg/L)	美国EPA 最高浓度限量 (mg/L)	Agilent 7500c 最低检测限*** (mg/L)
铝 (Al)		0.2	0.2	0.02-0.2*	0.000054
锑 (Sb)	0.005**	.005	0.002	0.006	0.000035
砷 (As)	0.01**	.01	0.01	0.01	0.000052
钡 (Ba)	0.7			2	0.000027
铍 (Be)				0.004	0.000028
硼 (B)	0.5**	1	1.0		
镉 (Cd)	0.003	0.005	0.01	0.005	0.000025
铬 (Cr)	0.05**	0.05		0.1	0.000019
铜 (Cu)	2**	2	1.0	1.3	0.000023
铁 (Fe)		0.2	0.3	0.3*	0.00125
铅 (Pb)	0.01	.01	0.05	0.015	0.000017
锰 (Mn)	0.5**	.05	0.05	0.05*	0.000020
汞 (Hg)	0.001	0.001	0.0005	0.002	0.000005
钼 (Mo)	0.07				0.000030
镍 (Ni)	0.02**	0.02	0.01		0.000024
硒 (Se)	0.01	0.01	0.01	0.05	0.000047
银 (Ag)				0.01*	0.000027
钠 (Na)		200	200		0.0276
铊 (Tl)				0.002	0.000021
铀 (U)	0.002**		0.002	0.030	0.000015
锌 (Zn)				5.0*	0.000101

注：*二级标准，**暂行规定，***MDLs 以低标重复10次测定其标准偏差的3倍计算，单位mg/L

表1列举了世界各组织和管理机构规定的饮用水中痕量元素，ICP-MS是唯一能满足所有痕量金属检测要求的技术。因此，尽管大多数规范中并没有指定ICP-MS是唯一的可接受技术，但它正在成为全世界水中痕量金属元素分析的首选方法。

尽管各地区QA/QC的标准和报告要求在细节上差别较大，但由表1可知，对各元素的实际检出限要求非常相似。此外，所有地区QA/QC要求的基本目标是相同的，即确保所有样品的报告值均符合公认的准确度和精密度要求。通常的做法是在样品分析期间定期插入QC控样。QC控样应该包括：检验初始的仪器校准准确度的控样；和待测物浓度相近、基体类似的已知控样；检验系统去除干扰能力的控样；检验样品记忆效应的控样；检查仪器漂移的定期校准控样。若待测元素浓度超出方法校准曲线的浓度范围，则还需检验线性范围的样品。有关各种法规的QA/QC要求细节本文将不一一详述，但在此会略述QA/QC通则以证明Agilent 7500c易于满足全世界饮用水监测通用标准所要求的检出限。仅对本方法稍作修改即可满足严格的各地方法规的要求。

采用ORS分析饮用水的优点

一般地，对于ICP-MS分析而言，虽然饮用水的基体并不复杂，但也有一定难度。主要原因在于某些元素的要求报出限非常低（表1），同时另一些元素如K, Na

浓度可能会很高。而对同一样品中高低浓度差别很大的元素进行同时测定是其它分析技术所无法做到的。为了同时测定所有元素，ICP-MS必须能同时准确测定低至0.05 ppb以下的汞及高至1000 ppm的Na或Ca。此外，ICP-MS应能消除等离子体和接口区产生的对Fe, As, Se, Cu, V及其它元素的常见干扰。这些干扰会使水样中上述痕量元素难以测定。

ORS有两个用途：一、它采用碰撞/反应池技术来去除多原子干扰；分析者可以选择待测元素丰度的最大同位素，而无需采用数学校正因子，所有待测元素的检出限都能达到ppb级以下。二、分析者可采用ORS中的被动碰撞来降低那些高浓度低质量数元素如Na和Ca等的离子流。通过采用该技术，可以改变这些元素的动态范围从而实现准确测定，这是以前ICP-MS仪器所不能达到的。该技术的独特之处在于它能提高超痕量元素的灵敏度并同时拓宽基体元素的动态范围。

仪器条件

常规水分析所用仪器条件见表2。表中列出了推荐同位素，调谐模式（标准模式，氢气反应模式或氦气碰撞模式），积分时间，校准范围以及常规商业实验室条件基础上大致的检出限。RF功率通常较高，1400-1500 W，以保证基体尽可能完全解离。其它条件如离子透镜，四极杆以及检测器参数根据仪器调谐指南设定，无需特殊调谐。

表2. 待测元素的推荐同位素，ORS接收模式，积分时间，校正曲线范围和各同位素的检出限

待测元素	同位素	ORS模式	积分时间 (s)	工作曲线范围 (ppb)	最低检测限 (ppb)
铝 (Al)	27	正常	0.1	0.5-100	0.054
锑 (Sb)	121	正常	0.1	0.5-100	0.035
砷 (As)	75	氦气	0.5	0.5-100	0.052
钡 (Ba)	137	正常	0.1	0.5-100	0.027
铍 (Be)	9	正常	0.1	0.5-100	0.028
硼 (B)	10	正常	0.1	0.5-100	
镉 (Cd)	111	正常	0.1	0.5-100	0.025
Calcium (Ca)	40	氦气	0.1	50-200,000	2.02
铬 (Cr)	52	氦气	0.5	0.5-100	0.019
铜 (Cu)	63	氦气	0.5	0.5-100	0.023
铁 (Fe)	56	氦气	0.1	50-200,000	1.25
铅 (Pb)	Sum of isotopes 206, 207, 208	正常	0.1	0.5-100	0.017
锰 (Mn)	55	正常	0.1	0.5-100	0.020
汞 (Hg)	202	正常	1.0	0.5-1.0	0.005
钼 (Mo)	95	正常	0.1	0.5-100	0.030
镍 (Ni)	60	氦气	0.5	0.5-100	0.024
钾 (K)	39	氦气	0.5	50-200,000	3.02
硒 (Se)	78	氦气	0.5	0.5-100	0.047
银 (Ag)	107	正常	0.1	0.5-100	0.027
钠 (Na)	23	氦气	0.1	50-200,000	27.6
铊 (Tl)	205	正常	0.1	0.5-100	0.021
铀 (U)	238	正常	0.1	0.5-100	0.015
矾 (V)	51	氦气	0.5	0.5-100	0.034
锌 (Zn)	66	正常	0.1	0.5-100	0.101
所用内标元素					
6Li	6	正常	0.1	50	
Sc	45	所有	0.1	50	
Ge	70,72,74	所有	0.1	50	
Y	89	正常	0.1	50	
In	115	正常	0.1	50	
Tb	159	正常	0.1	50	
Pt	195	正常	0.1	50	
Bi	209	正常	0.1	50	

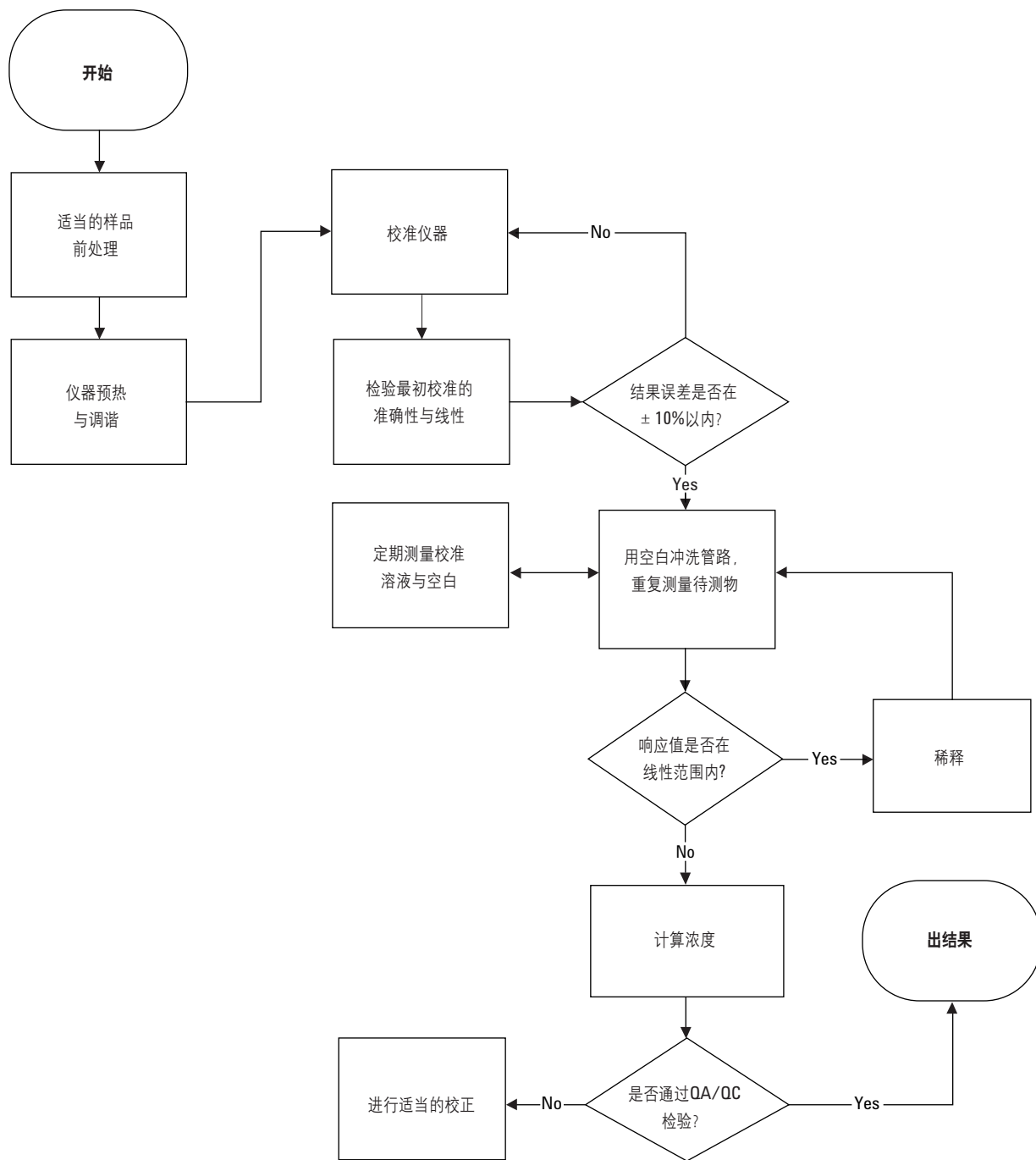


图1. 普通水分析流程概况图

图1描述了样品分析整个流程，采用QA/QC以满足绝大多数饮用水法规的日常需求。不同地区的QA/QC具体规定有所不同，在此不予详述。除了日常的需求外，应定期保存QA/QC文档以保证分析的准确度和精

密度。其中包括：方法检出限与动态范围的确认，干扰处理（同质异位素和记忆效应），仪器大体条件和运行状况。上述要求的具体示例参见美国E P A 方法200.8和英国饮用水检验出版物“NS-30”。

干扰校正

由于ORS能够有效消除未知复杂基体中的多原子和同位素干扰，水中需要进行干扰校正的元素如Ca, V, Fe, As, Se, Mo, Cd等都无需再用数学法校正，因此可以简化分析流程，提高结果可靠性。本文仅对Li-6, In-115和Pb进行校正（见表3）。如果样品中Li-7含量高时，需要校正内标元素Li-6，Sn含量高时需要校正内标元素In-115，上两种情况并不常见，通常可以忽略。Pb的校正是用于Pb同位素比值有变化时使Pb的响应规一化，不属于干扰校正。

表3. Agilent 7500c ORS系统测定水基样品典型的数学校正公式

质量数	公式
6	$(6)^*1 - (7)^*0.082$
115	$(115)^*1 - (118)^*0.014$
208	$(208)^*1 + (206)^*1 + (207)^*1$

实验部分

以下是一组按照标准、空白、QC控样、未知地下水样以及海水样品顺序测定的共44份溶液的数据和结果。标准溶液系列为1% HNO₃ / 0.5% HCl介质。除了简单的酸化处理外未进行任何基体匹配，仪器和操作条件类似于典型的商业环境实验室，未使用“超净室”或超高纯试剂。采用配有ORS系统的Agilent 7500c ICP-MS，集成的带自动稀释功能的进样系统 (ISIS)。

质量控制

本实验质量控制包括四部分：

- 检验ORS各种模式的调谐性能
- 检验初始校准曲线的线性
- 用饮用水标准样品NIST 1640检验初始校准的准确度
- 测量过程中定期检验仪器校准准确度的标准样品

自动稀释

所用的Agilent 7500c配有可快速提升样品与自动稀释的ISIS系统。ISIS采取连续流动自动稀释方式，可以大大提高进样效率并降低了污染的可能性。在ISIS自动稀释装置中，样品和稀释剂在完全封闭的系统中混合。稀释因子可通过高精度蠕动泵自动和定期监控全流程的准确度来控制。当待测物浓度超出校准范围或内标超出预定范围可用智能序列软件实现自动稀释。本实验中大量样品测定均采用自动稀释，通过对已稀释和未稀释样品测定结果的对比可以有效检验仪器线性范围和自动稀释的准确性。若两种结果吻合较好，则表明仪器的线性和自动稀释准确性良好。表5和表7列举的结果就是很好的例证。

结果

质控结果参见表4 (CCV结果) 和表5 (NIST1640结果)。校准曲线线性参见图2、3、4。校准曲线的相关系数大于0.9998，线性良好。

表4. 饮用水, 地表水和海水系列样品测定过程中定期检验仪器校准的标准溶液回收率。上述校准检验于测定30和43个实际样品后进行

	CCV 实测值	CCV 50/5000/0.5 1	% 回收率	CCV 50/5000/0.5 1	% 回收率
总 DF:					
文件:		031_CCV.D#		044_CCV.D#	
Be/9 [#1]	50	50.62	101.2	50.01	100.0
Na/23 [#2]	5000	4933.00	98.7	4838.00	96.8
Mg/24 [#1]	5000	4700.00	94.0	4802.00	96.0
Al/27 [#1]	50	47.09	94.2	46.84	93.7
K/39 [#3]	5000	5260.00	105.2	5076.00	101.5
Ca/40 [#2]	5000	5053.00	101.1	5063.00	101.3
V/51 [#3]	50	51.52	103.0	50.84	101.7
Cr/52 [#3]	50	51.43	102.9	50.78	101.6
Mn/55 [#1]	50	49.92	99.8	50.89	101.8
Fe/56 [#2]	5000	5067.00	101.3	5068.00	101.4
Co/59 [#1]	50	49.88	99.8	50.16	100.3
Ni/60 [#3]	50	51.99	104.0	51.36	102.7
Cu/63 [#3]	50	52.64	105.3	51.74	103.5
Zn/66 [#1]	50	49.27	98.5	49.44	98.9
As/75 [#3]	50	51.63	103.3	51.58	103.2
Se/78 [#2]	50	50.90	101.8	50.61	101.2
Se/80 [#2]	50	51.45	102.9	51.10	102.2
Mo/95 [#1]	50	49.44	98.9	48.11	96.2
Ag/107 [#1]	50	48.73	97.5	47.02	94.0
Cd/111 [#1]	50	49.34	98.7	48.40	96.8
Sb/121 [#1]	50	47.71	95.4	47.03	94.1
Ba/137 [#1]	50	50.35	100.7	49.19	98.4
Hg/202 [#1]	0.5	0.49	98.3	0.47	94.8
Tl/205 [#1]	50	49.68	99.4	50.46	100.9
Pb/208 [#1]	50	49.41	98.8	49.25	98.5
Th/232 [#1]	50	48.54	97.1	49.09	98.2
U/238 [#1]	50	49.46	98.9	49.84	99.7

元素质量数后括弧中的值为调谐模式, 1 = 正常模式, 2 = 氢气模式, 3 = 氦气模式

表5. NIST1640进行仪器校准检验的分析结果。样品均匀，因Na含量超过校准曲线最高点，自动稀释20倍(实际稀释因子为21.72)后测定，此外，还列出了未稀释样品的测定平均值，Na的回收率为101.2%。

总DF:	参考值	NIST 1640 1	% 回收率	NIST 1640 21.72	% 回收率
	(ppb)		未稀释		稀释
Be/9 [#1]	34.94	35.750	102.3	34.860	99.77
Na/23 [#2]	29350	29690.000	101.2	29140.000	99.28
Mg/24 [#1]	5819	5893.000	101.3	6154.000	105.76
Al/27 [#1]	52	49.180	94.6	69.290	133.25
K/39 [#3]	994	947.900	95.4	858.800	86.40
Ca/40 [#2]	7045	7328.000	104.0	7488.000	106.29
V/51 [#3]	12.99	13.030	100.3	12.930	99.54
Cr/52 [#3]	38.6	37.470	97.1	38.540	99.84
Mn/55 [#1]	121.5	119.500	98.4	120.100	98.85
Fe/56 [#2]	34.3	35.840	104.5	31.820	92.77
Co/59 [#1]	20.28	19.400	95.7	20.010	98.67
Ni/60 [#3]	27.4	26.920	98.2	28.000	102.19
Cu/63 [#3]	85.2	86.450	101.5	92.350	108.39
Cu/65 [#3]	85.2	86.350	101.3	91.340	107.21
Zn/66 [#1]	53.2	55.380	104.1	55.560	104.44
As/75 [#3]	26.67	26.910	100.9	28.080	105.29
Se/78 [#2]	21.96	21.990	100.1	20.930	95.31
Mo/95 [#1]	46.75	45.310	96.9	43.280	92.58
Ag/107 [#1]	7.62	7.210	94.6	7.497	98.39
Cd/111 [#1]	22.79	22.560	99.0	22.420	98.38
Sb/121 [#1]	13.79	13.090	94.9	12.590	91.30
Ba/137 [#1]	148	143.900	97.2	142.100	96.01
Hg/202 [#1]		0.017		0.019	
Tl/205 [#1]		0.009		-0.042	
Pb/208 [#1]	27.89	26.690	95.7	26.370	94.55
Th/232 [#1]		0.011		-0.429	
U/238 [#1]		0.725		0.698	

元素质量数后括弧中的值为调谐模式，1 = 正常模式，2 = 氢气模式，3 = 氦气模式

表6. 测定33个高含量样品, 标准溶液和空白后重复测定低标溶液, 以3倍标准偏差计算出方法检出限 (ppb)

	MDL rep 01	MDL rep 02	MDL rep 03	MDL rep 04	MDL rep 05	MDL rep 06	MDL rep 07	MDL rep 08	MDL rep 09	MDL rep 10	3 Σ MDL
Be/9 [#1]	0.50	0.50	0.49	0.49	0.50	0.47	0.49	0.49	0.50	0.49	0.028
Na/23 [#2]	53.45	47.78	43.96	39.85	40.52	36.48	34.69	30.58	30.17	22.08	27.617
Mg/24 [#1]	49.82	49.13	49.75	48.94	48.83	48.92	49.32	48.84	48.24	48.41	1.530
Al/27 [#1]	0.30	0.26	0.25	0.25	0.25	0.23	0.24	0.24	0.25	0.26	0.054
K/39 [#3]	56.28	55.34	55.09	53.35	55.02	55.15	53.73	53.25	54.17	53.70	3.023
Ca/40 [#2]	52.33	51.76	51.55	51.81	52.32	51.86	51.28	51.33	53.42	51.15	2.023
V/51 [#3]	0.51	0.53	0.53	0.53	0.54	0.51	0.53	0.50	0.52	0.52	0.034
Cr/52 [#3]	0.52	0.52	0.51	0.51	0.50	0.51	0.52	0.51	0.51	0.51	0.019
Mn/55 [#1]	0.49	0.49	0.49	0.47	0.48	0.48	0.49	0.48	0.48	0.47	0.020
Fe/56 [#2]	53.84	53.69	53.43	53.46	53.97	53.18	53.10	52.91	53.17	52.65	1.251
Co/59 [#1]	0.48	0.48	0.49	0.48	0.48	0.48	0.49	0.49	0.48	0.47	0.016
Ni/60 [#3]	0.50	0.49	0.49	0.48	0.50	0.48	0.48	0.49	0.48	0.49	0.024
Cu/63 [#3]	0.48	0.48	0.46	0.47	0.46	0.48	0.48	0.47	0.46	0.47	0.023
Zn/66 [#1]	0.50	0.45	0.43	0.43	0.43	0.42	0.42	0.46	0.44	0.42	0.074
As/75 [#3]	0.50	0.53	0.53	0.49	0.54	0.54	0.54	0.53	0.52	0.52	0.052
Se/78 [#2]	0.52	0.51	0.53	0.52	0.49	0.52	0.52	0.51	0.48	0.51	0.047
Se/80 [#2]	0.58	0.62	0.56	0.56	0.55	0.57	0.58	0.55	0.54	0.57	0.066
Mo /95 [#1]	0.47	0.46	0.46	0.46	0.45	0.46	0.48	0.44	0.47	0.45	0.030
Ag/107 [#1]	0.45	0.47	0.46	0.44	0.46	0.46	0.46	0.45	0.44	0.45	0.027
Cd/111 [#1]	0.45	0.43	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.45	0.43	0.025
Sb/121 [#1]	0.46	0.45	0.44	0.45	0.43	0.44	0.46	0.45	0.43	0.45	0.035
Ba/137 [#1]	0.49	0.47	0.47	0.49	0.48	0.47	0.47	0.47	0.46	0.48	0.027
Hg/202 [#1]	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.005
Tl/205 [#1]	0.40	0.42	0.42	0.43	0.42	0.42	0.42	0.42	0.41	0.41	0.021
Pb/208 [#1]	0.46	0.46	0.46	0.45	0.46	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.017
Th/232 [#1]	0.29	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.050
U/238 [#1]	0.43	0.44	0.44	0.43	0.43	0.43	0.44	0.44	0.43	0.43	0.015

元素质量数后括弧中的值为调谐模式, 1 = 正常模式, 2 = 氢气模式, 3 = 氦气模式

检出限

表6中列出的方法检出限是根据包括实际样品、标准物质和空白共计33个样品的测定结果得出。第一列为同位素及ORS模式, #1 = 标准模式, #2 = 氢气模式, #3 = 氦气模式。实际方法检出限取决于仪器和实验室条件。上述方法检出限在普通清洁程度并使用痕量级酸和ASTM 1级水的实验室就可实现。实验中所用仪器配有ISIS进样系统, 可提高进样精度并减少管路的记忆效应从而提高检出限。

动态范围

使用ORS的一大优点在于可以减少某些痕量元素所受的干扰, 同时降低高浓度或基体元素的信号。本实验可以对低至50 ppt Hg高至200 ppm的Na, K, Ca, Mg, Fe等矿物元素进行校准。样品校准曲线如下。此外, Na的曲线浓度最高仅为200 ppm, (该浓度为世界各饮用水规范中需控制的最高的元素浓度), 若超出此浓度, 仪器的响应仍为线性。

表7. 三个含高盐地下水样品分析结果。每个样品均采用未稀释和自动稀释两种分析方式。为求简化，表中未列出因含量过低而未检出的元素。

	水样 1	水样 1	水样 2	水样 2	水样 3	水样 3
总 DF:	1	21.72	1	21.72	1	21.72
File:	014SMPL.D	015SMPL.D	016SMPL.D	017SMPL.D	018SMPL.D	019SMPL.D
Na/23 [#2]	489100.000	492500.000	330500.000	324100.000	563700.000	554000.000
Na/23 [#3]	480300.000	505800.000	337200.000	342800.000	563000.000	571800.000
Mg 24 [#1]	559.000	599.900	511.700	534.800	3099.000	3407.000
K/39 [#3]	1564.000	1365.000	794.000	721.400	2513.000	2333.000
Ca/40 [#2]	8708.000	8760.000	2337.000	2255.000	13350.000	13400.000
Mo/95 [#1]	0.776	0.773	1.482	1.535	49.070	49.180
Ba/137 [#1]	17.070	16.990	29.250	28.800	5.263	5.154
U/238 [#1]	0.043	0.037	0.036	0.034	0.115	0.103

元素质量数后括弧中的值为调谐模式，1 = 正常模式，2 = 氢气模式，3 = 氦气模式

表7列出了3个地表碱水样品的分析结果。每个样品都直接分析，然后自动稀释进行分析。列出的两组结果显示了Agilent 7500c的动态范围和自动稀释的准确度。自动稀释因子为21.72，该因子是系统在测定开

始和测定过程中按需要对稀释因子进行自动校正的结果。至于铀的分析结果，未稀释测定结果仅有30-40 ppt，与自动稀释的分析结果极为吻合。换算得到稀释的样品溶液中铀的浓度 $\sim 35/21.7 = 1.6$ ppt。

表8. 1/10 “人工合成海水” (相当于0.3%高纯NaCl) 空白加标回收结果。痕量元素加标5 ppb, 基体元素加标500 ppb。

	1/10 人工合成海水	1/10 人工合成海水 + 5 ppb痕量元素 / 500 ppb基体元素	% 回收率 5/500 ppb spike
文件:	020SMPL.D#	021SMPL.D#	
Be/9 [#1]	0.000	4.591	91.8
Na/23 [#1]	超出量程	超出量程	N/A
Na/23 [#2]	1233000.000	1215000.000	N/A
Na/23 [#3]	1193000.000	1193000.000	N/A
Mg/24 [#1]	2.382	477.000	94.9
I/27 [#1]	-0.409	4.250	93.2
K/39 [#1]	13.730	491.500	95.6
K/39 [#2]	8.195	548.600	108.1
K/39 [#3]	16.510	597.400	116.2
Ca/40 [#2]	6.740	532.600	105.2
V/51 [#3]	0.031	5.426	107.9
Cr/52 [#3]	0.045	5.287	104.8
Mn/55 [#1]	-0.003	4.497	90.0
Fe/56 [#2]	-0.258	508.600	101.8
Co/59 [#1]	0.122	4.569	89.0
Ni/60 [#1]	0.024	4.318	85.9
Ni/60 [#3]	-0.040	4.801	96.8
Cu/63 [#3]	-0.117	4.691	96.2
Cu/65 [#3]	-0.117	4.564	93.6
Zn/66 [#1]	0.025	4.520	89.9
Zn/67 [#1]	0.007	4.714	94.1
As/75 [#3]	0.011	5.027	100.3
Se/78 [#2]	0.006	4.366	87.2
Se/80 [#2]	0.143	4.620	89.5
Mo/95 [#1]	0.043	5.040	99.9
Ag/107 [#1]	-0.010	4.254	85.3
Cd/111 [#1]	0.033	4.545	90.2
Sb/121 [#1]	0.034	4.598	91.3
Ba/137 [#1]	0.010	4.789	95.6
Hg/202 [#1]	0.017	0.020	N/A
Tl/205 [#1]	-0.003	4.883	97.7
Pb/208 [#1]	0.175	5.066	97.8
U/238 [#1]	0.000	4.968	99.4

元素质量数后括弧中的值为调谐模式, 1 = 正常模式, 2 = 氢气模式, 3 = 氦气模式

表8列出了加标和不加标情况下的0.3% (3000 ppm) NaCl或1180.5 ppm Na以及其它痕量元素和基质元素的分析结果, 回收率见第四列。注意在此例中, 为了比较, 采用三种ORS模式对Na进行了测定 (正常模式、氢气、氦气)。正如所料, 在正常模式下钠的信号

强度超出工作范围, 检测器对溢出信号自动保护。但在氢气、氦气两种模式下, 均可测定浓度高达1233和1193 ppm的Na, 无需进一步稀释或改变仪器条件即可得到104%和101%的回收率。在同样条件下, 采用氦气碰撞模式测定As加标5.03 ppb的回收率为100.3%。

1180.5 ppm Na

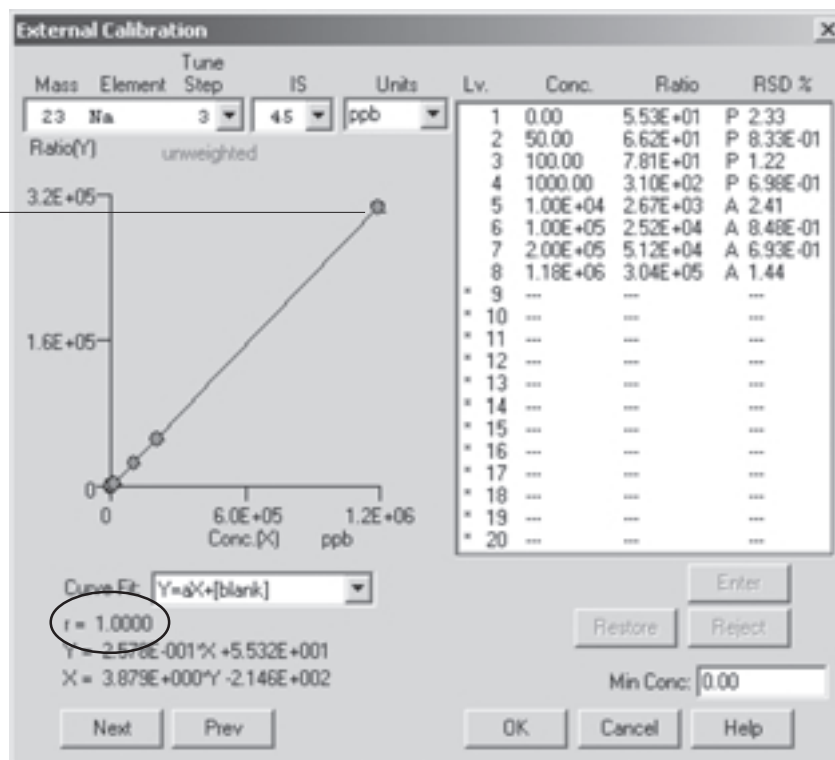


图2. 氦气碰撞模式下Na的校准曲线，50 ppb-1180 ppm（相当于0.3% NaCl溶液）浓度范围内呈线性

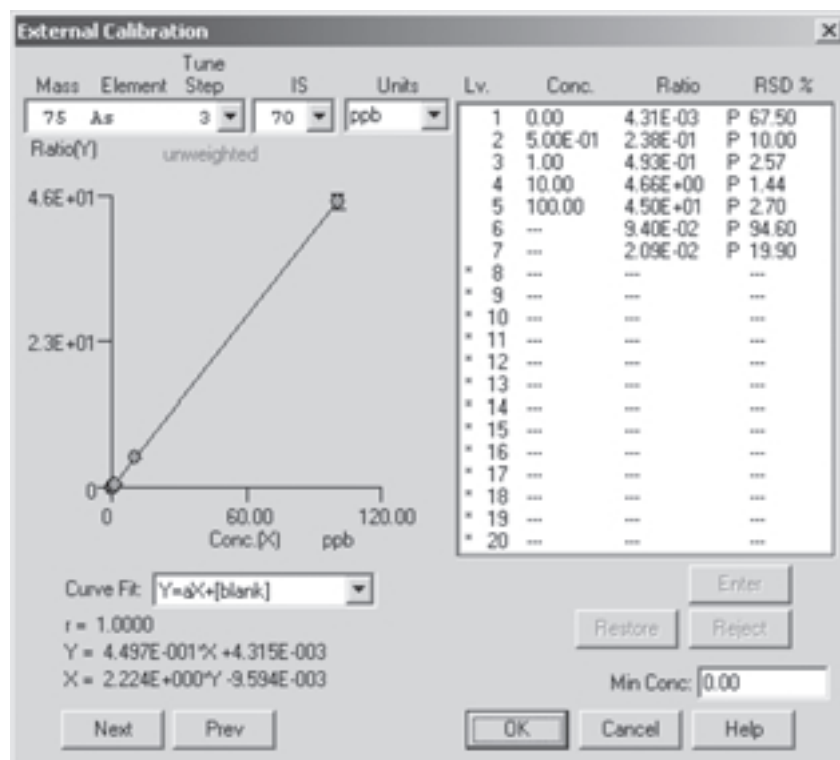


图3. 氦气碰撞模式下（与图2中Na的条件同）As的校准曲线，0.5 ppb-100 ppb浓度范围内呈线性

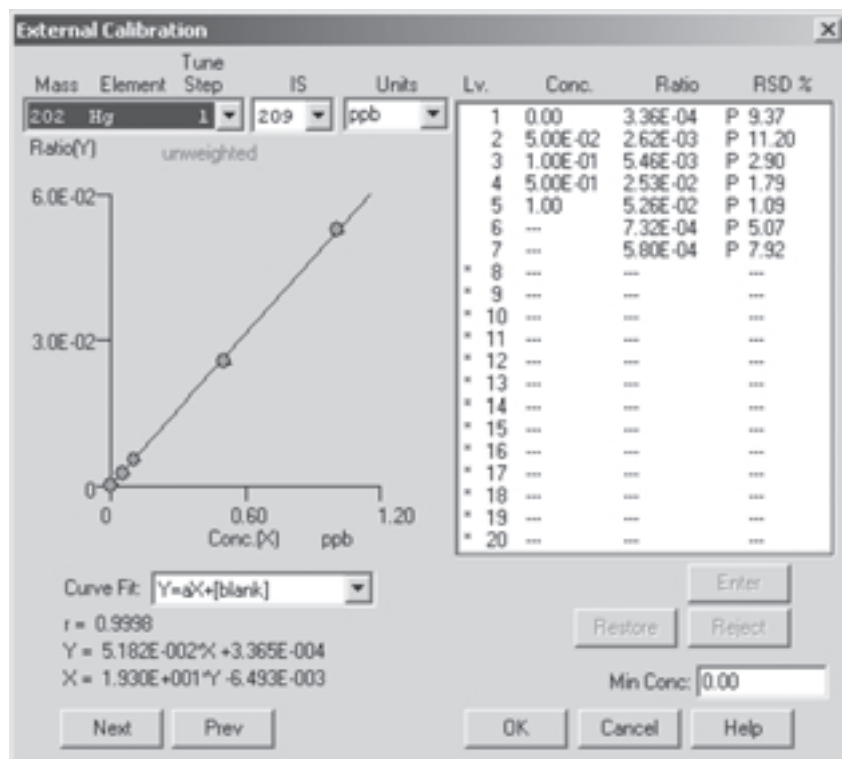


图4. 正常模式下（无气体）Hg的校准曲线，浓度范围0.05-1 ppb

图2-4的校准曲线均通过测定不同元素的混标溶液（稀硝酸或盐酸介质）获得。低标包括50 ppt Hg，500 ppt 的其它痕量元素及50 ppb的矿物元素（Na, K, Ca, Mg, Fe）等不同浓度范围的元素，在此基础上逐倍增长获得标准溶液系列。在Na的标准曲线中，实际校准溶液浓度最高点为200 ppm（见表2 Level 7），1180.5 ppm的点为1/10稀释的人工合成海水NaCl溶液。

结论

尽管世界各国的饮用水监测的具体细则有所不同，但总体要求即检出限和质量控制的要点非常相似。目

前，在所有可进行水中痕量金属检测的技术中，ICP-MS是唯一能够满足世界上水分析对灵敏度和测定元素种类要求的技术。此外，Agilent 7500c ORS采用的碰撞/反应池技术极易满足最难测定的超痕量元素的检测要求，并同时测定高达1000 ppm的矿物或基体元素，无需担心多原子干扰或待测元素浓度超出工作范围。

更多信息

要想获取我们产品或服务的更多信息，可登录我们的网站：www.agilent.com/chem。

安捷伦公司对本资料中所包含的错误, 及因提供、使用本资料所造成的后果或相关损失概不负责。

本资料的内容、说明及指标如有更改, 恕不另行通告。

© 安捷伦科技公司版权所有, 2004 年

中国印刷
2004 年 5 月 10 日
5988-8902CHCN

