

iCAP Qc-ICPMS 用于 GB5749-2006 标准饮用水中的重金属杂质元素分析

王艳萍 荆淼

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

ÜZONGLAB

简介

生活饮用水安全关系到民众的日常起居，因此越来越多的法规对饮用水分析提出了更高的要求，本文针对生活饮用水国标 GB5749-2006 中的无机分析指标进行了总结，同时介绍了 iCAP Q ICP-MS 在生活饮用水分析中的具体实验方法。

2006 国内出台了新的生活饮用水卫生标准，新的标准在分析项目上较 85 版卫生标准更加严格，检测项目从 35 项增加到 106 项，新增 71 项并修订了其中的 8 项。毒理指标中无机指标从 10 项增加到 21 项，增加了溴酸盐、亚硝酸盐、氯酸盐、锑、钡、铍、硼、钼、镍、铊、氯化氰，并且修订了砷、镉、铅、硝酸盐；感官性状指标中增加了钠、铝。

无机指标如下表所示：



标号	元素	GB 5749-2006 ug/ml	WHO 标准 ug/ml	美国 EPA ug/ml	欧盟标准 98/83/EC ug/ml
1	As 砷	0.01	0.01	0.01	0.01
2	Cd 镉	0.005	0.003	0.005	0.005
3	Cr 六价铬	0.05	--	--	--
4	Pb 铅	0.01	0.01	0.015	0.01
5	Hg 汞	0.001	0.001	--	0.001
6	Se 硒	0.01	0.01	0.05	0.01
7	Al 铝	0.2	--	0.2	0.2
8	Fe 铁	0.3	--	--	0.2
9	Mn 锰	0.1	0.5	0.05	0.05
10	Cu 铜	1	2	1.3	2
11	Zn 锌	1	--	5	--

标号	元素	GB 5749-2006 ug/ml	WHO 标准 ug/ml	美国 EPA ug/ml	欧盟标准 98/83/EC ug/ml
12	Sb 锑	0.005	0.005	0.006	0.005
13	Ba 钡	0.7	0.7	2	--
14	Be 铍	0.002	--	0.004	--
15	B 硼	0.5	0.5	--	1
16	Mo 钼	0.07	0.07	--	--
17	Ni 镍	0.02	0.02	--	0.02
18	Ag 银	0.05	--	0.1	--
19	Tl 铊	0.0001	--	0.002	--
20	Na 钠	200	--	--	200
21	U 铀	--	0.002	0.03	--

在执行此标准的生活饮用水检测方法中，包含水质中常规项目和非常规项目两部分，ICP-MS 方法作为法规方法的一部分可以应用于总共 20 个无机元素含量的分析，另外也检测其中一个总 Cr 的检测，在总 Cr 不超过六价 Cr 的限量时，可以认为无需再进行六价 Cr 的分析。

实验部分

仪器介绍

iCAP Q ICPMS (Thermo Scientific);

超纯水机 (Fisher Scientific) ;

试剂和标准溶液

- 高纯硝酸 (Trace Metal Grade, Fisher Scientific) ;
- 元素标准溶液 (Inorganic, Spex) ;
- 20~100 L、200~1000 L 微量移液器 (Fisher Scientific) ;
- 50 mL、100 mL HPDE 瓶 (NALGENE; Fisher Scientific)

样品及标准溶液配置

澄清透明的水质：加 1% 的硝酸酸化，直接上机测试；
元素储备液：采用 1% HNO₃ 溶液逐级稀释混合标准溶液，其中 Na 元素工作曲线各元素的含量分别为 0、0.50、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0mg/L，除 Hg 以外的其余元素工作曲线含量分别为 0、0.10、0.50、1.0、5.0、10.0、50、100、200µg/L；单独配制 Hg 标准曲线，以 1% 的 HCl 配制成 0、0.10、0.50、1.0、2.0、5.0µg/L。

在线内标校正溶液：用 1% HNO₃ 溶液稀释得到 20µg/L 混合元素内标液 (Sc、Rh、In、Bi)，通过三通在线加入内标。

仪器参数

采用 Thermo Scientific iCAP Qc ICP-MS 进行所有测量。所用的进样系统包括标准的 Peltier 冷却石英旋流雾室、PFA 同心雾化器和可拆卸石英炬管 (2.5 mm 内径，石英中心管)。标准的镍采样锥和截取锥。仪器使用纯氮作为碰撞气体，以单一动能歧视 (KED) 碰撞池模式运行。ICPMS 仪器参数如下表 2。

表 2. ICPMS 的工作参数

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	7.57E-07	Plasma Power (W)	1550
Spra Chamber Temperature (°C)	2.70	Peristaltic Pump Speed (rpm)	40
Cool Flow (L/min)	14.00	Auxilliar Flow (L/min)	0.80
Sampling Depth (mm)	6.00	Nebulizer Flow (L/min)	1.08
Torch Horizontal Position	-0.04	Torch Vertical Position	-0.90

结果与讨论

校准性能

在此实验中存在一些技术难点：Na 的含量在 80mg/L 而其

它绝大部分元素含量很低，很多小于 1 μ g/L。怎么能在一个方法中同时测定高低含量落差达到 10⁶ 以上的元素

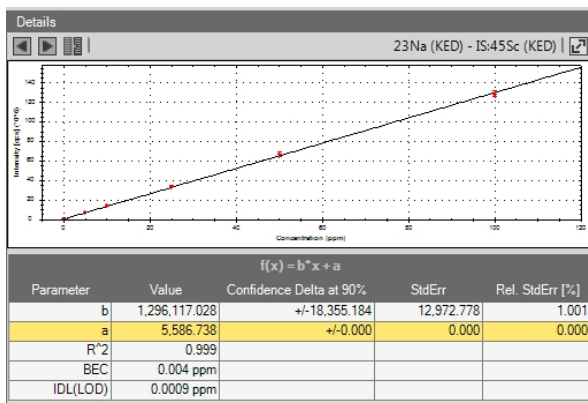


图 1. 23Na 校准曲线

从以上标准曲线图可以看出 ICP-MS 具有很宽的线性范围，即使标准曲线到了 mg/L 的级别，仍然有很好的线性拟合系数，可以满足高含量样品的测试。

在此方法中，采用 KED 模式（氦气碰撞）测试样品，对

低质量数，例如 9Be、11B 等灵敏度具有很大的损失，对仪器的灵敏度是个极大的考验。从图 2 可以看出，新一代高校碰撞池系统在低质量数损失方面得到了大大的改善，使得在 KED 模式下分析低质量数元素保持很好的灵敏度。

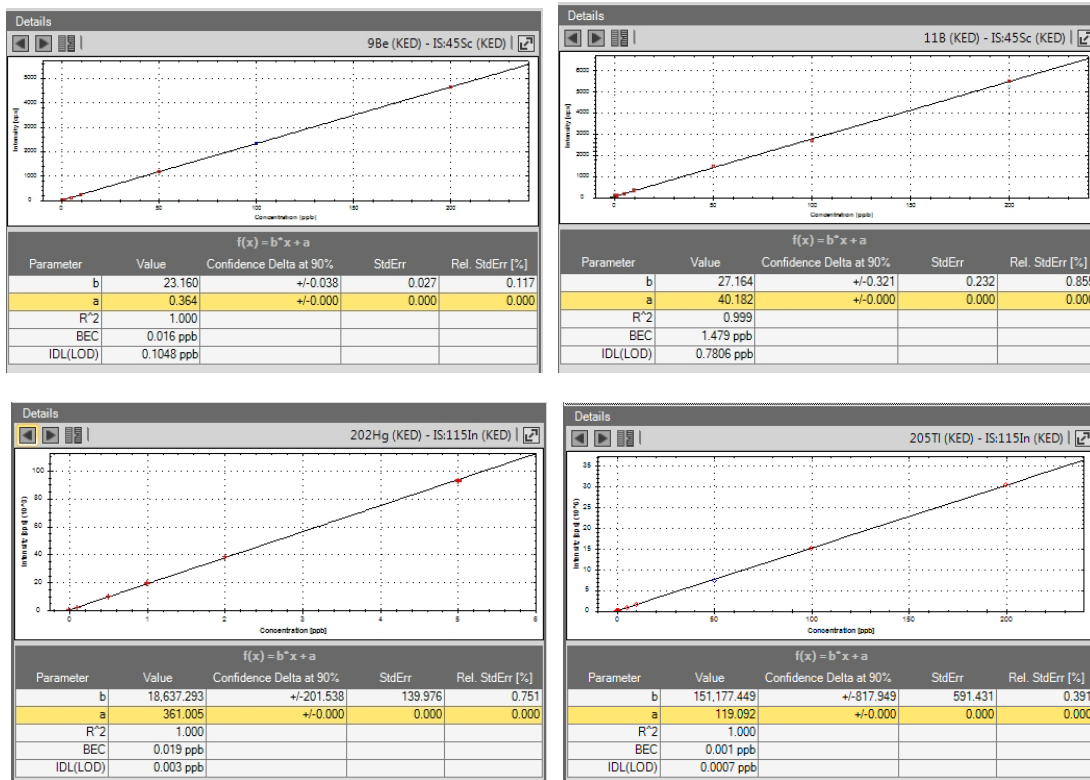


图 2. 9Be、11B、202Hg、205Ti 校准曲线

从以上两组校准曲线：高含量和低质量数低含量的极端典型，都可以有很好的效果，证明了仪器的 ICP-MS 很宽的线性范围。

样品测试结果

此次试验选取了哇哈哈桶装水、DEMO 实验室自来水，作为测试样品。此次样品都是澄清透明，直接加入 1% 的硝酸酸化，直接上机测试。

表 3. 样品测试结果及加标回收率

	单位	哇哈哈桶装水	金桥自来水	哇哈哈 +2 μ g/L Recover%	LOD
9Be (KED)	(ug/L)	0.1	ND	102	0.11
11B (KED)	(ug/L)	34.5	48.4	98	0.79
23Na (KED)	(mg/L)	0.3	56.1	/	0.90
27Al (KED)	(ug/L)	0.4	26.4	88	0.18
52Cr (KED)	(ug/L)	ND	0.3	95	0.01
55Mn (KED)	(ug/L)	0.1	1.0	89	0.02
57Fe (KED)	(ug/L)	ND	22.5	92	0.90
60Ni (KED)	(ug/L)	0.4	35.7	95	0.01
63Cu (KED)	(ug/L)	0.1	2.9	108	0.04
66Zn(KED)	(ug/L)	5.3	110.4	91	0.07
75As (KED)	(ug/L)	ND	0.6	103	0.02
77Se (KED)	(ug/L)	ND	0.2	100	0.07
95Mo (KED)	(ug/L)	ND	2.3	98	0.01
109Ag (KED)	(ug/L)	ND	ND	87	0.01
111Cd (KED)	(ug/L)	ND	0.1	95	0.01
121Sb (KED)	(ug/L)	ND	1.2	110	0.79
138Ba (KED)	(ug/L)	ND	43.0	87	0.18
202Hg (KED)	(ug/L)	ND	ND	89	0.01
205Tl (KED)	(ug/L)	ND	ND	91	0.00
208Pb (KED)	(ug/L)	ND	0.7	108	0.01
238U (KED)	(ug/L)	ND	0.5	91	0.01

从以上实验结果看到，水质样品在在同一个方法中，同一个条件，可以一次性测定水质中 21 种元素，加标回收率在 87 到 110 之间，完全可以满足测试需求。

实验结论

iCAP Q 系列 ICP-MS 在生活饮用水分析中，可以满足目前的国标 GB5749-2006 方法对于 21 个元素的测试要求。在本文中采用了氦气碰撞模式 (KED)，既保证痕量有毒有害元

素的准确定量，又同时可以分析高达 100mg/L 常量碱金属。实验证明，氦气碰撞模式可以对绝大多数元素获得更低的检出限以及更加准确的结果，对于高含量元素，可以获得更加稳定的结果。

参考文献

1. GB5749-2006 《生活饮用水卫生标准》
2. 水质中 65 种元素的测定 - 电感耦合等离子体质谱法 (征求意见稿)

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼
电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867
上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港
全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104, China
邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

ThermoFisher
SCIENTIFIC



了解我们



微信公众号