



更健康 更清洁 更安全



赛默飞第三方检测实验室

环境行业检测整体解决方案

禹重科技<sup>®</sup> ÜZONGLAB  
成分分析仪器|表面测试仪器|样品前处理仪器

Thermo  
SCIENTIFIC

# 完整的检测技术解决方案

随着国家对第三方检测市场的逐步放开，第三方检测需求越来越多。环境检测系统不断推进环境监测服务社会化，这对第三方检测实验室的检测设备、专业应用技术能力、检测结果的正确性和有效性提出更高的要求。为了使第三方检测实验室快速适应环境监测服务社会化对检测实验室提出的新要求，赛默飞为第三方检测实验室在检测设备、应用技术支持、售后服务方面提供完整的解决方案。

## 离子色谱检测技术

### ICS-5000+ HPIC通用高压离子色谱

- 实现对毛细管型和分析型离子色谱的连续高压操作——真正的高压离子色谱HPIC™分析系统！配备全新4 μm粒径颗粒填充的离子色谱柱，可实现对样品高分辨、快速分离。
- 模块化设计能够满足各种不断发展的分析需求。
- EG，加上四元梯度混合以及真空脱气装置，能够提供最大的淋洗液灵活性。
- 精准的温度控制能够显著降低噪声和漂移。



### ICS-5000+ HPIC通用高压离子色谱



- ICS-4000毛细管高压离子色谱（HPIC）系统。
- ICS-4000毛细管高压离子色谱（HPIC）系统重新定义了毛细管离子色谱，以其无以伦比的分辨率、分析速度及灵敏度满足常规分析中各种应用挑战。整合式系统在简化运行流路的同时增加分析效率及产率。
- 快速分析增加分析通量。
- 高性能提高色谱分离度。
- 死体积小，减少峰展宽，提高信噪比。
- 全新的QD电荷检测器，对高价态离子和弱电解质有极好响应，可有效排除“假阳性”。



### ICS-2100 RFIC-EG系统

- 集成式设计，体积小巧，只需要添加去离子水即可在线电解产生淋洗液。完全支持等度和梯度洗脱，重现性极佳。
- 小巧的设计能够有效节省工作台空间，同时方便接触流体。
- 触摸屏LCD显示器提供方便的前面板控制。
- 集成式淋洗液发生器能够根据需要进行精确的梯度 — 加水即可。
- 色谱柱柱温箱能够降低噪声和漂移。



### ICS-1600、ICS-1100 RFIC-ER系统

- 集成式设计，体积小巧，适用于常规抑制电导法测定阴阳离子。
- 触摸屏LCD显示器提供方便的前面板控制（ICS-1600）。
- RFIC-ER选项能够使用单瓶淋洗液连续运行长达一个月。
- 色谱柱柱温箱能够降低噪声和漂移（ICS-1600）。
- 电解抑制能够轻松的提高信噪比。
- 支持标准孔径和微孔径两种形式的色谱柱，提供灵活性。
- 可选的真空脱气装置能够节省人力并防止气蚀（ICS-1600）。



### ICS-900、ICS-600基础型IC系统

- 设计小巧，操作简便。系统稳定性佳，适合于常规离子的测定。
- 小巧的设计能够有效节省工作台空间，同时方便接触流体。
- 抑制型电导检测，提供低噪声和稳定的基线。
- 支持标准孔径和微孔径两种解决方案。
- 可选配柱温箱以降低噪声和漂移。
- 极高的性价比，完全兼容Thermo所有专利离子色谱技术。



## 痕量元素检测技术

### iCE 3000 系列原子吸收光谱仪

iCE 3000系列原子吸收光谱仪配备火焰、石墨炉，完全由PC 控制的火焰原子吸收光谱仪。高精度双光束全自动化光学系统：新型自准直单色器，自动选择波长与通带，提供无与伦比的检测范围和光学稳定性。铂 / 铱合金毛细管和聚四氟乙烯喷嘴，无论是有机或是无机溶液都能得到最高的灵敏度和稳定性。通用型燃烧器，耐腐蚀，耐高盐，大幅提高火焰的效率和火焰分析准确性。独特的一体化石墨炉可视系统：简化石墨炉方法开发。双背景校正功能，可供选择最适合你的方式。全自动气体控制：能自动完成安全点火、熄火和切换，能自动优化助燃气与燃气流量比，保持最佳恒定比值，并实施全自动的监控。



### iCAP 7000系列电感耦合等离子体发射光谱仪



iCAP 7000系列ICP-OES不仅性能先进、分析效率高，而且使用简便，在遵循国际规范及标准的同时持续提供可靠的数据。对于实验室高通量分析，在Thermo Scientific Qtegra智能科技数据处理方案（ISDS）软件平台的支持下，创新性的电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）技术均可提供快速低成本的分析。

iCAP 7000系列ICP-OES 简化了工作流程，并实现了快速、低成本、痕量元素分析。Qtegra ISDS从样品导入到生成报告和数据处理，为用户量身定制工作流程。预优化方法 简化甚至省去新方法建立过程。强大的方法开发工具 意味着新用户可以从方便、可靠的方法开发。iCAP 7000系列ICP-OES可以实现元素周期表中70多种元素的定性及精确定量分析，一次进样就可以实现所有元素的测定，该产品在目前世界上同类产品中体积最小，分析速度最快。

### iCAP Q系列电感耦合等离子体质谱仪

iCAP™ Q系列ICP-MS采用全新的先进工艺和突破性的技术，是ICP-MS发展过程中的革命性进步。iCAP™ Q采用自准直中心管、锥和透镜组件，很少的维护即可获得准确的结果。专利iCAP™ Q接口：由一对可靠的镍锥组成，提高了样品抗沉积能力，延长两次日常清洁的间隔时间。RAPID透镜技术：确保了最佳的三维离子聚焦，同时使离子束偏转90°。专利的Qcell池，先进的Flatapole技术、结合业已验证的氦KED（动能歧视效应）干扰消除与独特的低质量数剔除功能，可在全质谱范围内采用单氦KED模式，即便是低质量元素（如锂、铍和硼）也可获得ppt级的检测限。灵活性的附件及联用技术，可与IC（离子色谱）和LC（液相色谱）联用，进行形态和价态的分析；可与不同品牌的自动进样器联用，提高分析样品的工作效率。



## GC、GC-MS检测技术



### Trace 1300-ISQ系列GC-MS

ISQ系列是久经时间考验的单四极杆质谱，代表了质谱仪在创新方面近50年的积累，具有行业领先的灵敏度，更低的仪器检测限，满足更严格法规要求。

- Trace 1300系列气相色谱仪采用最新模块化设计，可随时插拔各种检测器，完成环境中挥发性气体/苯系物（FID）和卤代烃、农药（ECD, FPD, NPD）等分析，采用功能强大的变色龙软件控制。
- 专利真空锁定装置，快速维护质谱离子源，无需卸真空，保证高通量分析的连续性。
- 带透镜保护双灯丝，保证灯丝的长寿命。
- 一次进样，FS/SIM同步进行，同时定性和定量。
- 拓展的不卸真空更换色谱柱模块，保证各种不同应用之间切换色谱柱时质谱无需停机。
- 专利的氦气节省模块，一瓶氦气可使用3.5-14年。
- 可选用功能强大的Triplus RSH三合一自动进样器（可实现液体进样、顶空进样、SPME、标准曲线配置等功能）。
- 可与传统阀-定量环顶空、吹扫捕集、热脱附联用满足各种分析需求。

## HPLC检测技术



### Ultimate 3000系列HPLC

Ultimate 3000标准分析型系统提供最佳性能和可靠性，620bar耐压和100Hz的数据采集频率使Ultimate 3000标准分析型系统支持所有常规应用并兼容超高效的功能，让超高效液相不再遥不可及。可根据不同应用灵活配置，最高流速可达10mL/min，满足全方位应用需求。

实现更大的样品处理量或在线样品处理等自动化技术，Ultimate 3000双三元系统将是您的完美选择。Ultimate 3000双三元系统灵活性强，可明显增加样品处理量，并带来先进的自动化处理技术：

并联和串联LC带来2倍的样品处理量；

可实现两个应用间的自动切换，简洁方便；

在线SPE-LC可实现样品的在线富集和预分离。

# 完整的应用技术解决方案

## IC应用解决方案

### 离子色谱法测定饮用水中常见阴离子

GB/T 5750.5 2006 饮用水中无机非金属（阴离子）指标的检测（节选）

范围：方法规定了用离子色谱分析法测定生活饮用水及其水源水中氟化物、氯化物、硝酸盐和硫酸盐的含量。适用于生活饮用水及水源水中这些可溶性常见阴离子的测定。

原理：水样中待测离子随碳酸盐、重碳酸盐淋洗液进入离子交换柱系统（由保护柱和分离柱组成），根据分离柱对各阴离子的不同亲和力进行分离，已分离的阴离子流经阳离子交换柱或者抑制器系统转换成高电导率的强酸，淋洗液则转变成弱电导率的碳酸。由电导检测器测量各阴离子组分的电导率，以相对保留时间和峰高或者峰面积定性和定量。

分析仪器：离子色谱仪，包括进样系统，分离柱以及保护柱，抑制器。

EPA 300.1 方法针对实际水，地表水，地下水和处理水及饮用水中的溴离子，氯离子，氟离子，硝酸根，亚硝酸根，磷酸根以及硫酸根的测定（也符合GB/T5750.2006的使用范围），建议的色谱条件如下：

- 色谱柱：IonPac AG 9-HC，2mm保护柱或相同产品；IonPac AS 9-HC，2mm分离柱或相同产品，进样量为50  $\mu\text{L}$ （如果采用4mm色谱柱，进样量必须为200  $\mu\text{L}$ ）。
- 抑制器：阴离子自再生电解抑制器(ASRS)或相同产品，每分钟基线漂移/噪声不大于5 nS，外加水模式，抑制电流50 mA。
- 检测器：CD20或同类产品
- 淋洗液：9 mM 碳酸钠
- 流速：0.4 mL/min（4 mm色谱柱，流速为1.25 mL/min）

对常规阴离子测定的谱图如图1。

从谱图中可以看出使用AS9-HC分析柱及其保护柱，除了七种常见阴离子外，还能同时检测饮用水消毒副产物溴酸盐、亚氯酸盐和氯酸盐。

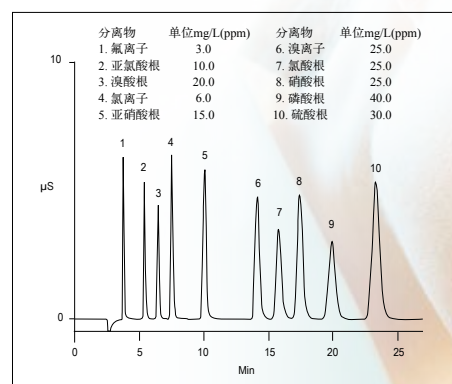


图 1. AS9-HC 色谱柱等度分离饮用水中常见阴离子和部分消毒副产物

### 离子色谱法测定饮用水中阳离子

GB/T 5750.6 2006 饮用水中金属指标离子色谱法检测（节选）

范围：方法规定了用离子色谱法测定生活饮用水及其水源水中的钠，钾，锂，钙和镁。适用于生活饮用水及其水源水中的钠，钾，锂，钙和镁的测定。

原理：水样中阳离子Li<sup>+</sup>，Na<sup>+</sup>，NH<sub>4</sub><sup>+</sup>，K<sup>+</sup>，Ca<sup>2+</sup>和Mg<sup>2+</sup>，随盐酸淋洗液进入阳离子分离柱，根据离子交换树脂对各阳离子的不同亲和程度进行分离，经分离后的各组分流经抑制系统，将强电解的淋洗液转换为弱电解溶液，降低了背景电导。流经电导检测系统，测量各离子组分的电导率。以相对保留时间和色谱峰（面积）定性和定量。

仪器：离子色谱仪，带电导检测器

离子色谱测定条件：

- 阳离子分离柱/保护柱：IonPac CS12 4mm × 250 mm带IonPacCG12保护柱 (IonPac CS14或同类产品)
- 流动相：盐酸[c(HCl)=20 mmol/L]
- 抑制器：抑制柱，膜抑制器或自动再生电解抑制器
- 检测器：电导检测器

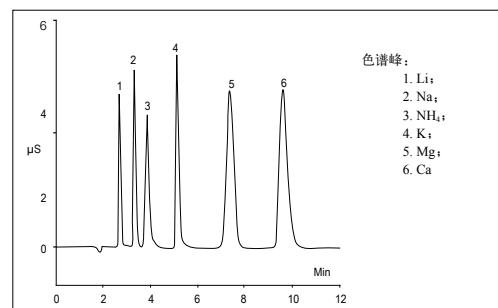


图 2. CS12 A 检测常见六种阳离子的谱图

## 离子色谱法测定饮用水中的消毒副产物

GB/T 5750.10 2006溴酸盐的检测及GB/T 8538-2008饮用天然矿泉水检验方法中针对溴酸盐的检测（节选）：

### 离子色谱法—氢氧根系统淋洗液

范围：本方法规定了用离子色谱法测定生活饮用水及其水源水中的溴酸盐。本法适用于生活饮用水及其水源水中溴酸盐的测定。本法最低检测质量为2.5 ng，若采用直接进样，进样体积为500  $\mu\text{L}$ ，则最低检测质量浓度为5  $\mu\text{g/L}$ 。

原理：水样中的溴酸盐和其它阴离子随氢氧化钾（或氢氧化钠）淋洗液进入阴离子交换分离系统（由保护柱和分离柱组成），根据分离柱对各离子的亲和力不同进行分离，已分离的阴离子流经阴离子抑制系统转化成具有高电导率的强酸，而淋洗液则转化成低电导率的水，由电导检测器测量各种阴离子组分的电导率，以保留时间定性，峰面积或峰高定量。

分析仪器：

离子色谱仪，带电导检测器

分析条件：

- 氢氧化钾淋洗液：由EG40淋洗液自动电解发生器（或其它能自动产生淋洗液的设备）在线产生或手工配制氢氧化钾（或氢氧化钠）淋洗液。
- 色谱柱：阴离子分析柱IonPac AS19（4mm  $\times$  250mm），阴离子保护柱IonPac AG19（4mm  $\times$  50 mm）
- 阴离子抑制器：ASRS型抑制器
- 抑制电流：75mA
- 淋洗液流速：1.0 mL/min

淋洗液梯度参考程序见表1。

表 1. 淋洗液梯度淋洗参考程序

时间 /min	氢氧化钾浓度 /(mmol/L)
0.0	10.0
10.0	10.0
10.1	35.0
18.0	35.0
18.1	10.0
23.0	10.0

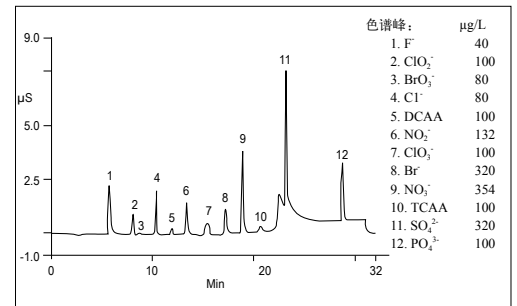


图 3. 使用 IonPac AS19 色谱柱梯度分离常见阴离子和五种消毒副产物

## 离子色谱法测定氰根离子和硫离子

由于氰化物的毒性，世界各国对环境各种载体中氰化物的浓度都有严格规定。我国环保局规定地表水中氰化物的含量应小于3.5  $\mu\text{g/L}$ ，《生活饮用水标准》中规定饮用水中氰化物的含量不得超过0.05 mg/L。世界卫生组织规定饮用水中氰化物的含量应小于5  $\mu\text{g/L}$ 。美国NIDSH规定空气中氰化物可允许浓度为5  $\mu\text{g/m}^3$ 。

样品前处理，因氰化物的金属络合物稳定常数大，因此氰化物多以金属络合物的形式存在。离子色谱测定的是游离氰，因此欲测样品中的总氰，需作前处理，将络合氰转变成游离氰，常用的简单有效的方法是将样品（固体和液体样均可）加硫酸回馏，在酸性介质中氰化物以HCN形式释放出来，并将其吸收于碱性溶液中。即用IC法分析吸收液中的CN<sup>-</sup>。其色谱条件见图4。

- 柱：IonPac AS7
- 淋洗液：0.5M 乙酸钠  
0.1M 氢氧化钠  
0.5%(V/V)乙二胺
- 流速：1 mL/min
- 检测：ED40，银工作电极，0.00V，Ag/AgCl参比电极

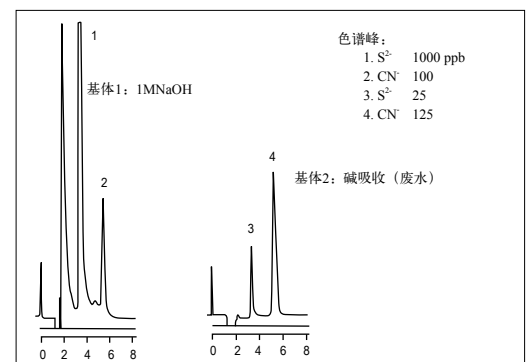


图 4. 使用 AS7 色谱柱分离氰根离子和硫离子

方法的检出限为1  $\mu\text{g/L}$ ，线性范围为1  $\mu\text{g/L}$ ~1000  $\mu\text{g/L}$  100倍CN<sup>-</sup>浓度的S<sup>2-</sup>不干扰，而且可同时测定。



# HPLC应用解决方案

## 高效液相色谱法同时测定土壤中的芳香胺和吡啶

### 仪器

Thermo Scientific™ Dionex™ UltiMate™ 3000RS 四元系统, 包括:

- LPG-3400RS 四元分析泵 (具备溶剂脱气功能)
- WPS-3000RS 自动进样器 (配置 100  $\mu$ L 定量环)
- TCC-3000RS 柱温箱 (具备控温功能)
- DAD-3000RS SST (检测池体积 2.5  $\mu$ L)

Thermo Scientific Dionex Chromeleon 色谱系统控制软件, 版本 6.80 或以上

### 试剂与标准品

去离子水, 18.2 M $\Omega$ -cm (Thermo Scientific GenPure Pro UV-TOC, P/N 50131948)

乙腈 (CH<sub>3</sub>CN), HPLC 级 (Fisher Chemical, P/N AC610010040)

醋酸铵 (CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>), 优级纯 (上海安谱科学仪器有限公司)

乙酸 (CH<sub>3</sub>COOH), 优级纯 (上海安谱科学仪器有限公司)

2- 甲基吡啶 (CAS No.:109-06-8), 3- 甲基吡啶 (CAS No.: 108-99-6), 对甲苯胺 (CAS No.: 106-49-0), 间甲苯胺 (CAS No.: 108-44-1) 四种标准品均为纯品型, 购自上海安谱科学仪器有限公司

### 标准溶液的制备

#### 标准储备液 1

分别准确称取 0.1 g 2- 甲基吡啶、3- 甲基吡啶、间甲苯胺、对甲苯胺四种标准品, 用甲醇将其定容到 10 mL, 得到浓度为 10000 mg/L 的单标。分别取 1 mL 浓度为 10000 mg/L 的单标, 用甲醇定容至 10 mL, 得到浓度为 1000 mg/L 的标准储备液 1。

#### 标准工作溶液

分别取 1、2、5 mL 标准储备液 1, 用甲醇定容至 10 mL, 得到浓度依次为 100、200 和 500 mg/L 的标准溶液。将 100、200 和 500 mg/L 的标准溶液逐级稀释, 则得到浓度为 2、5、10、20、50 mg/L 的标准溶液。

### 样品前处理

#### 样品

称取两种不同的土壤各 2 g, 加入 10 mL 甲醇, 超声萃取 30 min, 经 0.22  $\mu$ m 有机相滤膜过滤, 氮吹近干, 用甲醇定容至 1 mL 滤液供液相色谱测定。为考察方法的可靠性, 本文进行了加标实验, 过程如下: 称取其中一土壤 2 g, 加入 1 mL 浓度为 500 mg/L 的混标, 与样品按照相同步骤同步前处理, 得到的理论加标浓度为 50 mg/L。

#### 色谱条件

色谱柱: Thermo Scientific Acclaim LC 120, C18, 3  $\mu$ m, 2.1  $\times$  100 mm (P/N 059129, S/N 002504)

流动相: 乙腈 / 3.85 g 醋酸铵 (含 3 g 乙酸) 水溶液 (梯度条件见表 1)

进样体积: 1  $\mu$ L

流速: 0.4 mL/min

柱温: 35 $^{\circ}$ C

检测: 紫外,  $\lambda$ 260nm

表 1. 流动相的梯度条件

时间 (min)	A: 乙腈 (%)	C:3.85 g 醋酸铵 (含 3 g 乙酸) 水溶液 (%)
0	5	95
2	5	95
3.5	80	20
3.6	5	95
6	5	95

### 结果与讨论

#### 流动相的优化

由于目标化合物的结构较为相似, 比如间甲苯胺和对甲苯胺, 2- 甲基吡啶和 3- 甲基吡啶, 在采用甲醇 / 水或乙腈 / 水作为流动相很难分开, 且峰形严重拖尾。除此之外, 本文还尝试采用甲醇 / 磷酸水溶液和乙腈 / 磷酸水溶液作为流动相, 但是结果都不理想。实验结果表明, 采用乙腈 / 醋酸铵 (含乙酸) 的效果最好, 出峰顺序依次为 2- 甲基吡啶、3- 甲基吡啶、对甲苯胺、间甲苯胺。



## 检测波长的选择

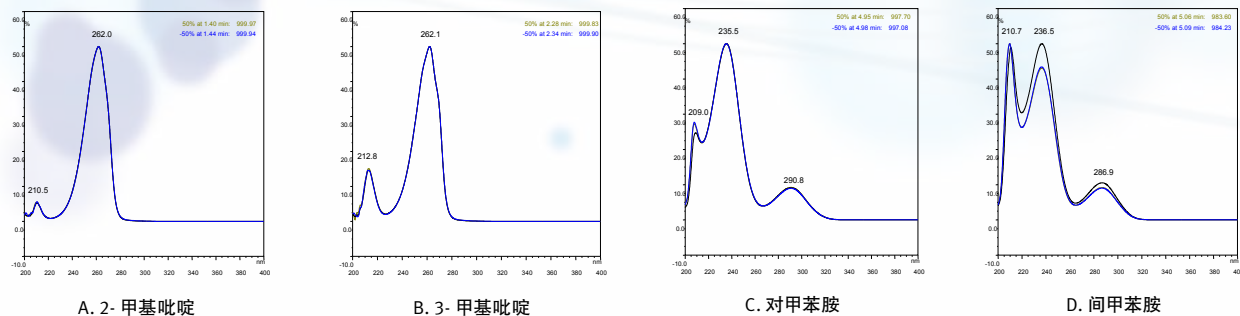


图 1. 2- 甲基吡啶、3- 甲基吡啶、对甲苯胺、间甲苯胺的光谱图

由图 1 可以看出，2- 甲基吡啶和 3- 甲基吡啶的最大吸收波长在 260 nm 左右，而间甲苯胺和对甲苯胺在 210 nm 和 230 nm 都有较大吸收。由于目标化合物在 210 nm 和 230 nm 的噪音和基线波动较大，因此选用 260 nm 作为检测波长。

## 方法的重现性、线性范围和检出限

为考察方法的重现性，通过连续进样 9 次浓度为 10 mg/L 的混标，得到四个目标化合物保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD)，其色谱图见图 2。在优化的实验条件下，四个目标化合物在 2—1000 mg/L 范围内均具有良好的线性。以 3 倍信噪比可计算得到目标化合物的检出限 (LOD)，结果见表 2。

表 2. 重现性、线性和检出限

名称	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	线性方程 ( $R^2$ )	LOD (mg/L)
2- 甲基吡啶	0.170	1.117	$y = 0.1162x + 1.9669, R^2 = 0.9937$	0.15
3- 甲基吡啶	0.096	1.126	$y = 0.1116x + 0.9405, R^2 = 0.9990$	0.26
对甲苯胺	0.034	0.707	$y = 0.0151x + 0.1036, R^2 = 0.9997$	0.50
间甲苯胺	0.035	1.185	$y = 0.0137x + 0.0976, R^2 = 0.9996$	0.51

## 样品分析

为考察方法的可靠性，本文进行了加标浓度为 50 mg/L 的实验，见图 3，结果表明 2- 甲基吡啶、3- 甲基吡啶、对甲苯胺和间甲苯胺的回收率依次为 101%、89%、74% 和 86%。表明该方法具有良好的回收率，适用于土壤中芳香胺和吡啶的测定。另外，为考察芳香胺和吡啶在环境中的分布情况，本文选取了两个不同地点的土壤进行测试，见图 4。可见，四种目标化合物在两种不同的土壤中均未检出。

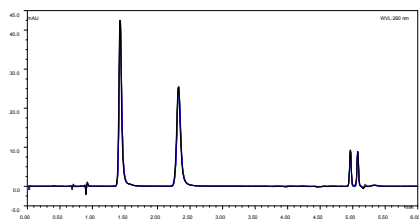


图 2. 连续进样 10 mg/L 混标的叠加色谱图 (n = 9)

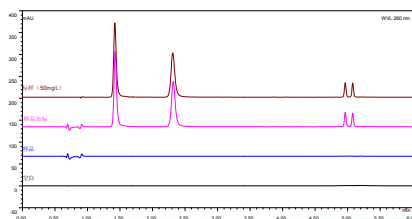


图 3. 空白、样品、样品加标 (加标浓度为 50 mg/L)、标样 (50 mg/L) 的色谱图

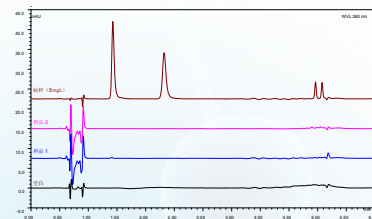


图 4. 空白、样品、标样的色谱图

## 结论

本文以醋酸铵和乙腈为流动相，在 6 min 内即可完成土壤中 2- 甲基吡啶、3- 甲基吡啶、对甲苯胺和间甲苯胺四种化合物的测定，重现性和回收率良好，是一种快速、灵敏、简便、准确测定土壤中芳香胺和吡啶的方法。

# 痕量元素应用解决方案

## iCAP Q ICP-MS 根据HJ700-2014 方法测定水质中的元素

### 引言

日前，环保部公布了国家环境保护标准《HJ700-2014水质 65种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》，2014年7月1日正式实施，新标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水。这是ICP-MS法（电感耦合等离子体质谱法）首次进入我国水质检测标准，而且和EPA 200.8、EPA 6020A、EPA 200.1、ISO 17294-2等国际标准相比，这一新标准可用于更多水中元素的测定。另外，由于目前国内需要消解处理的地表水和废水（处理设施出口）中无机元素总量的测定尚没有统一的前处理方法，新标准也采用了电热板消解和微波消解的方法对地表水和废水（处理设施出口）进行处理。

### 实验部分

#### 仪器

- iCAP Q ICPMS (Thermo Scientific);
- 超纯水机 (Fisher Scientific) ;

#### 试剂和标准品

- 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)

#### 仪器配置

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矩管 (2.5 mm 内径, 石英中心管)。标准的镍采样锥和截取锥。仪器使用纯氦作为碰撞气体, 以单一动能歧视 (KED) 碰撞池模式运行。ICPMS 仪器参数如下表 1。

#### 仪器参数

表 1. iCAP Q 运行参数

仪器参数	设置值	仪器参数	设置值
RF 功率 (W)	1550	Q Cell 气体 (mL/min)	4.2(He)
冷却气 (L/min)	14	KED 电压 (v)	3
辅助气 (L/min)	0.8	驻留时间 (ms)/ 元素	100
雾化气 (L/min)	1.02	中心管 (mm)	2.5

#### 样品和标准溶液制备

澄清透明的水质：加 1% 的硝酸酸化，直接上机测试；不透明有悬浮物水质：取一定量的样品，加入硝酸盐酸加热消解后再上机测试。此次取样在金桥实验室自来水、纯净水、园区人工湖取水，以上水质都比较干净，直接加 1% 的硝酸酸化后上机。

元素储备液：采用 1% HNO<sub>3</sub> 溶液逐级稀释混合标准溶液，其中 Na、Mg、K、Ca 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、100.0 mg/L，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、200 μg/L。

在线内标校正溶液：用 1% HNO<sub>3</sub> 溶液稀释得到 20 μg/L 混合元素内标液 (Sc、Y、Rh、In、Bi)，通过三通在线加入内标。

### 结果与讨论

#### 校准性能

在此实验中存在一些技术难点：在水质中 Ca 的含量在 50 mg/L 左右、Na 的含量在 80 mg/L、Mg 的含量在 10 mg/L、K 含量在 5 mg/L 左右，而其它绝大部分元素含量很低，很多小于 1 μg/L。在一个方法中实现测定同时测定高低含量落差达到 10<sup>6</sup> 以上的元素



图 1.23 Na、24 Mg、39 K、44 Ca 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 Be<sup>9</sup>、B<sup>11</sup> 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。

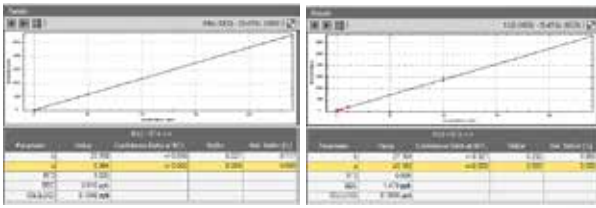


图 2.9Be、B11 校准曲线

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。

## 测试结果

此次试验分别选取了金桥园区人工湖二个不同采样点 1#、2#、哇哈哈桶装水，作为测试样品。此 3 个样品都是澄清透明，直接加入 1% 的硝酸酸化，直接上机测试。

	单位	人工湖 1#	人工湖 2#	哇哈哈桶装水	哇哈哈 +2 $\mu$ g/L 回收率 %	LOD
9Be	(ug/L)	ND	ND	0.1	102	0.11
11B	(ug/L)	73.2	77.2	34.5	98	0.79
23Na	(mg/L)	40.7	42.2	0.3	/	0.90
24Mg	(mg/L)	12.5	13.0	ND	/	0.30
27Al	(ug/L)	149.2	147.6	0.4	88	0.18
31P	(ug/L)	17.0	14.8	0.9	102	3.70
39K	(mg/L)	5.7	6.0	0.1	/	2.00
44Ca	(mg/L)	49.0	50.6	0.1	/	2.10
48Ti	(ug/L)	102.4	108.4	0.2	99	0.04
51V	(ug/L)	0.8	0.9	ND	92	0.01
52Cr	(ug/L)	0.3	0.3	ND	95	0.01
55Mn	(ug/L)	3.7	6.0	0.1	89	0.02
57Fe	(ug/L)	125.6	134.5	ND	92	0.90
59Co	(ug/L)	0.1	0.1	ND	86	0.04
60Ni	(ug/L)	1.3	1.4	0.4	95	0.01
63Cu	(ug/L)	1.0	1.1	0.1	108	0.04
66Zn	(ug/L)	1.0	1.1	5.3	91	0.07
71Ga	(ug/L)	0.1	0.1	ND	86	0.00
73Ge	(ug/L)	ND	ND	ND	99	0.01
75As	(ug/L)	1.4	1.5	ND	103	0.02
77Se	(ug/L)	0.1	0.1	ND	100	0.07
85Rb	(ug/L)	3.2	3.1	-0.1	92	0.06
88Sr	(ug/L)	212.4	227.5	0.1	96	0.01
90Zr	(ug/L)	0.2	0.2	0.2	102	0.00
93Nb	(ug/L)	ND	ND	ND	103	0.01
95Mo	(ug/L)	3.6	3.9	ND	98	0.01
101Ru	(ug/L)	ND	ND	ND	97	0.001
105Pd	(ug/L)	0.1	0.1	ND	100	0.01
109Ag	(ug/L)	ND	ND	ND	87	0.01

	单位	人工湖 1#	人工湖 2#	哇哈哈桶装水	哇哈哈 +2 $\mu$ g/L 回收率 %	LOD
111Cd	(ug/L)	ND	ND	ND	95	0.01
118Sn	(ug/L)	ND	ND	ND	111	0.11
121Sb	(ug/L)	0.8	0.9	ND	110	0.79
125Te	(ug/L)	ND	ND	ND	101	0.90
133Cs	(ug/L)	ND	ND	ND	93	0.30
138Ba	(ug/L)	22.5	23.2	ND	87	0.18
139La	(ug/L)	0.1	0.1	0.1	98	3.70
140Ce	(ug/L)	0.2	0.1	ND	98	2.00
141Pr	(ug/L)	ND	ND	ND	97	2.10
146Nd	(ug/L)	0.1	0.1	ND	97	0.04
147Sm	(ug/L)	ND	ND	ND	98	0.01
153Eu	(ug/L)	ND	ND	ND	100	0.01
156Gd	(ug/L)	ND	ND	ND	100	0.02
162D	(ug/L)	ND	ND	ND	100	0.90
167Er	(ug/L)	ND	ND	ND	99	0.04
169Tm	(ug/L)	ND	ND	ND	95	0.01
172Yb	(ug/L)	ND	ND	ND	99	0.04
175Lu	(ug/L)	ND	ND	ND	97	0.07
178Hf	(ug/L)	ND	ND	ND	97	0.01
181Ta	(ug/L)	ND	ND	ND	107	0.01
182W	(ug/L)	0.4	0.4	ND	101	0.02
193Ir	(ug/L)	ND	ND	ND	108	0.07
195Pt	(ug/L)	ND	ND	ND	108	0.06
197Au	(ug/L)	ND	ND	ND	109	0.01
202Hg	(ug/L)	ND	ND	ND	89	0.01
205Tl	(ug/L)	ND	ND	ND	91	0.001
208Pb	(ug/L)	0.1	0.2	ND	108	0.01
238U	(ug/L)	0.9	0.9	ND	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 57 种元素，加标回收率在 86 到 110 之间，完全可以满足测试需求。

## 结论

本文介绍建立了 iCAP Q 系列 ICP-MS 根据 HJ700-2014 方法测定水中 57 种元素，其中包括 Hg 元素。在 HJ700-2014 涉及到的 65 种元素，包括一些常用的内标元素，在文中由于采用 Li、Sc、Y、Rh、Re、In、Bi、Ho、Tb 元素作为内标，所以并未给测试结果。如果再后续实验中需要测定内标元素，可以选择一种内标元素，从而测定其它内标元素。在本实验中还特别增加了 Hg 元素测定，检出限 0.01  $\mu$ g/L，加标回收率在 89%。



# GC、GC-MS应用解决方案

## 吹扫捕集-气质联用法测定饮用水中的VOC

### 测试条件

#### 仪器

Trace 1310 GC-ISQ 气质联用仪 (Thermo Fisher Scientific)；吹扫捕集仪 Atomx (Teledyne Tekmar)。

#### 吹扫捕集条件

表 1. 吹扫捕集条件

阀温度	140℃
吹扫温度	90℃
捕集管解析温度	250℃
吹扫时间和流量	11min；40mL/min
干吹时间	0.5min
解析时间	2min
解析流量	300mL/min
烘烤温度	280℃
烘烤流量	200mL/min

#### 气质条件

色谱柱：DB-624 (30 m × 0.25 mm × 1.4 μm)；柱温：40℃ (5 min)，10℃/min 到 150℃ (5min)，10℃/min 到 180℃ (3min)；分流进样，分流比为：20:1；进样口温度：250℃；载气：氦气 (99.999%)，恒流模式，1 mL/min。传输线温度：250℃，离子源温度：250℃。扫描方式：选择离子检测 (SIM)。

#### 样品前处理

饮用水样品过 0.45μm 滤膜后直接转入 40mL 样品瓶中。

### 结果与讨论

#### 标准品色谱图

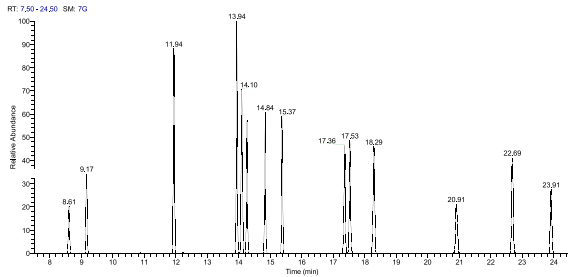


图 1. 标准溶液总离子流图 (10μg/L)

#### 线性、检出限及 RSD

配置混合标准溶液，各浓度分别为：1.0、2.0、5.0、10.0、20.0μg/L，采用上述方法分别进样分析，考察各组分在 1.0-20.0μg/L 浓度范围内的线性。实验结果表明 14 种组分在

1.0-20.0μg/L 线性关系良好，线性相关系数均大于 0.9990，10μg/L 浓度下加标回收率范围 99.7-102.2% (见表 2)。对同一样品连续进样 6 针，RSD 在 5.32-8.82% 之间，重复性良好。

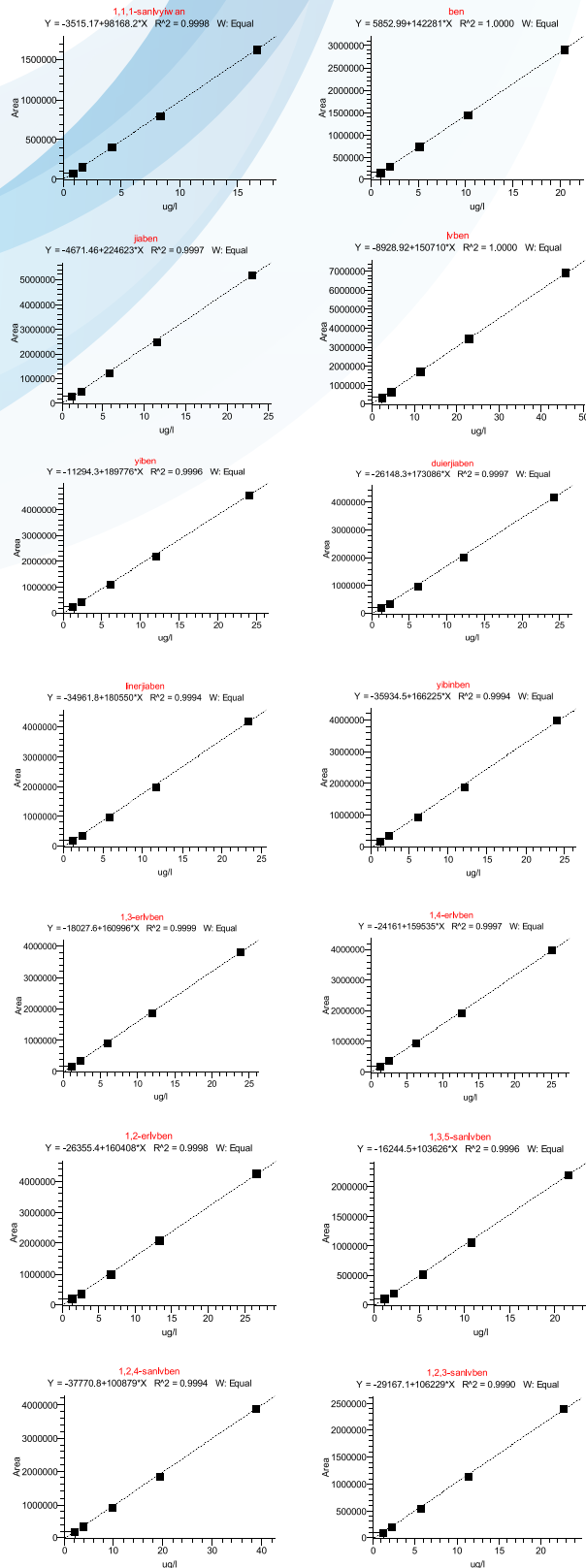


图 2. 各组标准曲线

表 2. 保留时间、线性、回收率及 RSD

序号	化合物	保留时间 /min	线性方程	R <sup>2</sup>	回收率 %	RSD/(% (n=6))
1	1,1,1- 三氯乙烷	8.61	Y=-3515.17+98168.2*X	0.9998	101.81%	8.54
2	苯	9.17	Y=5852.99+142281*X	1.000	99.70%	8.61
3	甲苯	11.95	Y=4671.46+224623*X	0.9997	101.74%	7.68
4	氯苯	13.94	Y=-8928.92+150710*X	1.000	101.64%	7.01
5	乙苯	14.00	Y=-11294.3+189776*X	0.9996	101.99%	8.28
6	间二甲苯	14.27	Y=-26148.3+173086*X	0.9997	101.85%	8.19
7	邻二甲苯	14.84	Y=-34961.8+180550*X	0.9994	101.38%	7.96
8	异丙苯	15.37	Y=-35934+166225*X	0.9994	102.02%	8.82
9	1,3- 二氯苯	17.36	Y=-18027.6+160995*X	0.9999	101.33%	5.86
10	1,4- 二氯苯	17.53	Y=-24161+159535*X	0.9997	101.34%	5.67
11	1,2- 二氯苯	18.29	Y=-26355.4+160408*X	0.9998	101.24%	5.32
12	1,3,5- 三氯苯	20.91	Y=-16244.5+103626*X	0.9996	101.70%	7.63
13	1,2,4- 三氯苯	22.68	Y=-37770.8+100879*X	0.9994	101.39%	6.57
14	1,2,3- 三氯苯	23.91	Y=-29167.1+106229*X	0.9990	101.33%	6.19

### 样品检测

采用该方法测试实验室自来水，14 个目标物的检出量均

低于最低定量限，符合国家对饮用水的要求，样品谱图

见图 3。

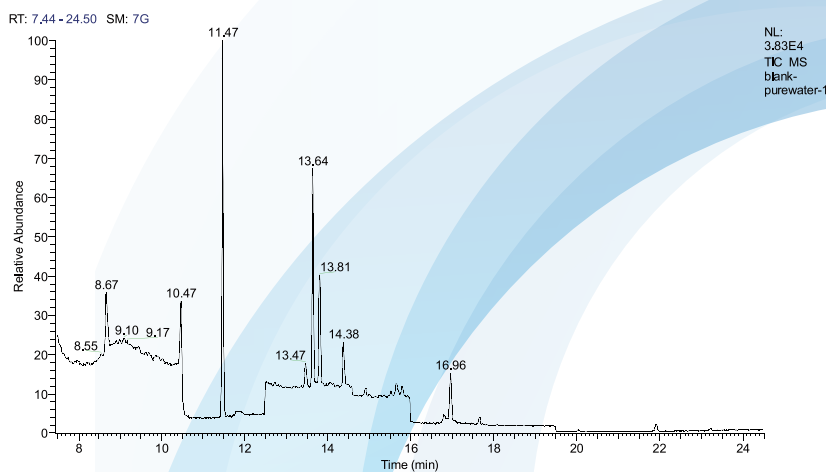


图 3. 实验室自来水样品图

### 总结

本方法采用 Thermo Fisher Scientific 全新一代 TRACE 1310 GC-MS 气质联用仪连同 Tekmar 公司吹扫捕集进行实验，能够完全满足检测灵敏度，精密度的要求。

## 检测技术符合标准法规要求

标准号	标准名称
HJ/T 83-2001	水质 可吸附有机卤素 (AOX) 的测定 离子色谱法
HJ/T 73-2001	水质 丙烯腈的测定 气相色谱法
HJ/T 68-2001	大气固定污染源 苯胺类的测定 气相色谱法
HJ/T 64.2-2001	大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
HJ/T 35-1999	固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法
HJ 700-2014	水质 65 种元素的测定—电感耦合等离子体质谱法
HJ 647-2013	环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 高效液相色谱法
HJ 646-2013	环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱质谱法
HJ 639-2012	水质 挥发性有机化合物的测定 吹扫捕集 / 气相色谱 - 质谱法
HJ 604-2011	环境空气 总烃的测定 气相色谱法
HJ 602-2011	水质 钡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
HJ 587-2010	水质 阿特拉津的测定 高效液相色谱法
HJ 583-2010	环境空气苯系物的测定 固体吸附 / 热脱附气相色谱法
HJ 549-2009	环境空气和废气 氯化氢的测定—离子色谱法
HJ 544-2009	固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法
HJ 491-2009	土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
HJ 478-2009	水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法
HJ 40-1999	固定污染源排气中苯并 (a) 芘的测定 高效液相色谱法
GBZ/T 160.45-2007	工作场所空气有毒物质测定 卤代烷烃类化合物
GB/T 5750.9-2006	生活饮用水 标准检验方法 农药指标
GB/T 20466-2006	水中微囊藻毒素的测定
GB/T 5750.6-2006	生活饮用水 标准检验方法 金属指标
GB/T 5750.5-2006	生活饮用水 标准检验方法 无机非金属指标
GB/T 18883-2002	室内空气质量标准
GB/T 17141-1997	土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
GB/T 17138-1997	土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法
GB/T 15555.6-1995	固体废物 总铬的测定 直接吸入火焰原子吸收分光光度法
GB/T 15555.2-1995	固体废物 镉、铜、铅、锌的测定 原子吸收分光光度法
GB/T 15439-1995	环境空气 苯并 [a] 芘的测定 高效液相色谱法
GB/T 15264-1994	环境空气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法
GB/T 14552-2003	水、土中有 有机磷农药的测定 气相色谱法
GB/T 14550-2003	土壤中六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法
GB 5085.3-2007	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别
GB 50325-2010	民用建筑工程室内环境污染控制规范
CJ/T 96-2013	生活垃圾化学特性通用检测方法
CJ/T 221-2005	城市污水处理厂污泥检验方法

注：部分环境检测行业分析标准方法



# 赛默飞中国服务体系

## 完善的售后服务体系

- 拥有600多名员工，工程师数量超过500名
- 服务网点覆盖全国50多个城市
- 支持客户超过18,000家
- 服务70,000多台仪器
- 拥有3大支持中心：在线技术支持中心  
维修中心  
培训中心



## 24小时免费服务热线：

客户可随时拨打免费服务热线400-650-5118，工程师7\*24小时全天候无休地为客户提供维修安装、技术咨询及相关服务，让客户享受完备的服务体验。

## 赛默飞作为行业领导者，服务范围广泛，提供的服务产品包括：

### 仪器及系统 配套服务产品：

- |          |                                  |
|----------|----------------------------------|
| 延长保修服务计划 | • 购买新仪器时独享的服务，最长可达 5 年           |
| 保修服务计划   | • 涵盖人工保障及备件保障                    |
| 零备件供应    | • 原厂备件，9 大仓库，及时满足客户维修维护需求        |
| 预防性维护保养  | • 主动性 + 预防性 + 专业性维护，呈现仪器最佳使用状态   |
| 法规认证（3Q） | • 安装认证服务、操作认证服务、性能认证服务           |
| 培训服务     | • 4 大培训中心，80 名培训工程师，350 场培训班 / 年 |

### 实验室及企业整体解决方案：

- |           |                           |
|-----------|---------------------------|
| 整体实验室搬家   | • 专业人员拆装、搬迁、安调及验收，全程可跟踪   |
| 资产管理      | • 资产托管，驻场工程师，管家式服务        |
| 供应链管理     | • 订单管理、化学品追溯管理、库存管理、收发货管理 |
| 实验室支持     | • 科研活动支持服务，如培养基配备及玻璃器皿清洗  |
| 运维服务      | • 中国区各环境监测站的运行和维护服务       |
| 泄露检测与修复服务 | • 石化企业 VOC 泄漏检测、维护与修复服务   |

更安全

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

更清洁

更健康

赛默飞致力于帮助您使世界变得

### 关于赛默飞世尔科技

赛默飞世尔科技（纽约证交所代码：TMO）是科学服务领域的世界领导者。公司年销售额 170 亿美元，在 50 个国家拥有约 50,000 名员工。我们的使命是帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。我们的产品和服务帮助客户加速生命科学领域的研究、解决在分析领域所遇到的复杂问题与挑战，促进医疗诊断发展、提高实验室生产力。借助于首要品牌 Thermo Scientific、Applied Biosystems、Invitrogen、Fisher Scientific 和 Unity Lab Services，我们将创新技术、便捷采购方案和实验室运营管理的整体解决方案相结合，为客户、股东和员工创造价值。

### 赛默飞世尔科技中国

赛默飞世尔科技进入中国已超过 30 年，在中国的总部设于上海，并在北京、广州、香港、台湾、成都、沈阳、西安、南京、武汉等地设立了分公司，员工人数约 3700 名。为了满足中国市场的需求，现有 8 家工厂分别在上海、北京和苏州运营。我们在北京和上海共设立了 9 个应用开发中心，将世界级的前沿技术和产品带给国内客户，并提供应用开发与培训等多项服务；位于上海的中国创新中心结合国内市场需求和国外先进技术，研发适合中国的技术和产品；我们拥有遍布全国的维修服务网点和特别成立的中国技术培训团队，在全国有超过 2000 名工程师提供售后服务。我们致力于帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。

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



了解我们



微信公众号