

# ICP-MS 同时测定水处理剂--聚合氯化铝中的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 及五种元素含量的研究

农晋琦 汪春 卢益新

(深圳市自来水(集团)有限公司 北京 518031)

本文进行了用 HP4500 型 ICP-MS 仪测定水处理剂--聚合氯化铝中的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、As、Mn、Hg、Pb、Cd 共六种元素或化合物含量的研究,结果证明用 ICP-MS 可以同时测定聚合氯化铝中的这六种元素或化合物。方法具有多元素同时分析(包括从 ng/L 级到 mg/L 级的元素),样品前处理简单,测定快速,干扰少,省事省力等无可比拟的优点。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

仪器:惠普公司 HP4500 (plus) 型 ICP-MS 仪。试剂:上述六种元素的单元素标准溶液(购自国家标物中心或国家钢铁研究总院);优级纯  $\text{HNO}_3$ ;纯水用电阻率为 18 兆欧的超纯去离子水。

### 1.2 仪器条件

RF 功率:1400W, 采样深度:8.5mm, 等离子体气流:16L/min, 载气:1.2L/min, 辅助气:1.0L/min, 雾室温度:2°C, 积分时间:0.1s, 进样间隔:0.31s。

### 1.3 试验方法

样品制备:称取 1.0000g 聚合氯化铝(固体或液体),加水溶解,加入 2mL  $\text{HNO}_3$ , 摇匀,加热溶解,煮至微沸十分钟。置冷后,用纯水定容至 100mL。原样稀释倍率为 100 倍。

定量分析方法采用内标法,内标元素选 Sc、Y 及 Bi。将内标元素混合溶液加入到每个样品中,然后用多元素标准进行标准化并进行样品溶液的定量分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 聚合氯化铝六种元素的仪器检测限(DL)

仪器检测限(DL)是按照 1%优级纯  $\text{HNO}_3$  空白溶液进行 10 次重复测定的标准偏差的三倍确定的。实验测得 Al、As、Mn、Hg、Pb、Cd 的仪器检测限分别为:1.7  $\mu\text{g/L}$ , 9.0ng/L, 1.7ng/L, 3.3ng/L, 2.8ng/L, 2.5ng/L。聚合氯化铝国家标准<sup>[1]</sup>对以上测定项目的检测限的最低要求分别为:20  $\mu\text{g/L}$ , 500ng/L, 2500ng/L, 20ng/L, 1000ng/L, 200ng/L。可见,ICP-MS 的仪器检测限完全满足直接测定的需要。

### 2.2 仪器线性动态范围的测定

本实验测得的 Al、As、Mn、Hg、Pb、Cd 共六种元素的线性动态范围为:Al 1.0~2.0 $\times 10^6$   $\mu\text{g/L}$ , As 0.1~1.0 $\times 10^5$   $\mu\text{g/L}$ , Mn 0.01~10 $\times 10^5$   $\mu\text{g/L}$ , Hg 0.01~10 $\times 10^5$   $\mu\text{g/L}$ , Pb 0.1~10 $\times 10^5$   $\mu\text{g/L}$ , Cd 0.01~10 $\times 10^5$   $\mu\text{g/L}$ , 线性相关系数均>0.998。可见,线性动态范围都非常宽,达到 10 $^6$ ~10 $^7$  的数量级。

### 2.3 聚合氯化铝六种元素的同时直接测定

将按 1.3 方法制备的固铝和液铝样品进行  $Al_2O_3$  及五种元素的 ICP-MS 同时直接测定, 同时将一份固铝和液铝的平行样品交由本单位的另一位化验员按照“国家标准检验法”<sup>[1]</sup>进行测定。测定结果如下:

**Table 1. The results of the determination of solid poly aluminium chloride by ICP-MS**

元素		Al	As	Mn	Hg	Pb	Cd
ICP-MS 法	测定值 (固铝中的元素含量%)	29.9 ( $Al_2O_3$ )	1.87E-5	9.54E-4	4.6E-7	2.33E-4	5.74E-6
国家标准检验法 <sup>[1]</sup>	测定值 (固铝中的元素含量%)	30.5 ( $Al_2O_3$ )	<5.0E-4	7.5E-4	<1.0E-6	<3.0E-4	<2.0E-5
两种方法之间的偏差%		2.0	一致	21.4	一致	一致	一致

**Table 2. The results of the determination of liquid poly aluminium chloride by ICP-MS**

元素		Al	As	Mn	Hg	Pb	Cd
ICP-MS 法	测定值 (液铝中的元素含量%)	11.4 ( $Al_2O_3$ )	1.3E-5	3.9E-4	2.4E-7	8.2E-5	2.3E-5
国家标准检验法 <sup>[1]</sup>	测定值 (液铝中的元素含量%)	11.1 ( $Al_2O_3$ )	<5.0E-4	3.6E-4	<1.0E-6	<3.0E-4	<2.0E-5
两种方法之间的偏差%		2.7	一致	8.0	一致	一致	一致

从以上数据可见, ICP-MS 法能够同时测定固体和液体聚合氯化铝中的  $Al_2O_3$  及 As、Mn、Hg、Pb、Cd 五种元素的含量, 测定结果与本单位另一位化验员将平行样品按照“国家标准检验法”<sup>[1]</sup>进行测定的结果相符, 没有显著偏差。由于聚合氯化铝中的 Hg、Cd 含量已太低, 因此虽然它们的相对标准偏差稍大, 但仍然是允许的。

实验测得六种元素的加标回收率均在 90~110% 之间。相对标准偏差均在 0~10% 之间。

### 3 结语

研究结果表明用 ICP-MS 可以同时测定聚合氯化铝中的  $Al_2O_3$  及 As、Mn、Hg、Pb、Cd 五种元素的含量。方法的灵敏度、精密度和准确度都很好。方法具有 ng/L~mg/L 级多元素同时分析, 测定快速, 样品前处理简单, 干扰少, 省事省力等无可比拟的优点。

鸣谢: 本文得到了建设部国家水资源中心的大力协助, 在此表示衷心的感谢!

## THE DETERMINATION OF $Al_2O_3$ AND 5 ELEMENTS IN POLY ALUMINIUM CHLORIDE BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETER METHOD

NONG jinqi, WANG Chun, LU Yixin

(Shenzhen Water Supply (Group) Co., Ltd., Shenzhen 518031, China)

A method for the determination of  $Al_2O_3$  and 5 elements Al, As, Mn, Hg, Pb, Cd in poly aluminium chloride by inductively coupled plasma mass spectrometer (ICP-MS) has been established. The contents of  $Al_2O_3$  and these 5 elements in poly aluminium chloride could be simultaneously determined by ICP-MS.