电感耦合等离子体质谱法测定地表水中铜、铅、锌、镉

戴长常 梁烨

南通市通州区环境监测站

DOI:10.32629/eep.v2i5.251

[摘 要] 研究环境样品地表水中铜、铅、锌、镉用电感耦合等离子体质谱法测定。选择不同的实验条件,确定了最佳的分析方法,并通过标准样品和实验样品的分析,验证了方法的准确度和精密度。通过与原子吸收分光光度法进行比对分析,证明此方法快速方便、准确度高、检出限低、精密度好。

[关键词] 电感耦合等离子体质谱法; 原子吸收分光光度法; 铜、锌、铅、镉的测定

引言

地表水中铜、铅、镉一般采用石墨炉原子吸收分光法, 锌采用火焰原子吸收分光光度法。石墨炉原子吸收分光光度 法分析铅、镉元素时需要加入基体改进剂,方法通过干燥、 灰化、原子化、除残四个步骤进行测定,分析一次需要 3 分 钟,时间较长。因此本研究采用电感耦合等离子体质谱法测 定水质中的铜、铅、锌、镉,并通过对标准样品、实际样品 的分析验证此方法的可行性,并通过分析时间的缩短,提高 分析的便捷性。

1 实验部分

1.1 试剂

铜、铅、锌、镉混合标准使用液。

硝酸优级纯。

内标标准溶液。

质谱仪调谐溶液。

1.2 工作参数

采用 PEICP-MS Nexion 350X 型电感耦合等离子体质谱仪。水样经预处理后,采用电感耦合等离子体质谱仪进行检测,根据元素的质谱图或特征离子进行定性,内标法定量。样品由载气带入雾化系统进行雾化后,以气溶胶形式进入等离子的轴向通道,在高温和惰性气体中被充分蒸发、解离、原子化和电离,转化成的带电荷的正离子经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据离子的质荷比即元素的质量数进行分离并定性、定量的分析。在一定的浓度范围内,元素质量数所对应的信号响应值与其浓度成正比。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作参数选择

仪器工作环境和对电源的要求根据仪器说明书规定执行。仪器扫描范围: 5-250amu, 分辨率: 10%峰高处所对应的峰宽应优于 1amu。

2.2 干扰及消除

质谱型干扰主要包括多原子离子干扰、同量异位素干扰、氧化物和双电荷干扰等,可以利用干扰校正方程、仪器 优化以及碰撞反应池技术加以解决。

非质谱型干扰主要包括基体抑制干扰、空间电荷效应干

扰、物理效应干扰等,可通过内标法、仪器条件最佳化或标准加入法等措施消除。

2.3 校准曲线(图1标准曲线图)

分别配置铜、铅、锌标准使用液 5.00, 10.0, 20, 0, 30.0, 40.0, 50.0 ug/1, 镉标准使用液 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.0 ug/1, 以 1%硝酸为溶剂, 摇匀。配置含 200ug/1 的 Au 和 2%硝酸的内标溶液 (50ug/1) 上机检测。

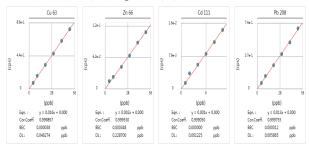


图 1 标准曲线图

2.4 方法的精密度和准确度

为检验方法的效果, 对浓度 Cu0. 4 ± 0.026 、Pb0. 152 ± 0.012 、Zn 0. 493 ± 0.024 、Cd0. 140 ± 0.008 的国家有证标准物质进行了准确度和精密度实验, 并与原子吸收分光光度法进行比较, 测定次数为 6 次, 结果见表 1。

测定方法	铜标样值 /mg • L ⁻¹	测量值范围 /mg • L ⁻¹	平均值 /mg • L ⁻¹	相对误差 %	标准偏差
ICP-MS	0.4±0.026	0. 395-0. 405	0.400	1.0	0.008
原子吸收	0.4±0.026	0. 390-0. 410	0.400	1.5	0. 012

	测定方法	铅标样值	测量值范围	平均值	相对误差	标准偏差	
		/mg • L ⁻¹	/mg • L ⁻¹	/mg 4L ⁻¹	%	小川田周左	
	ICP-MS	0.152 ± 0.012	0. 149-0. 155	0.152	1.1	0.009	
	原子吸收	0.152 ± 0.012	0. 147-0. 158	0. 153	1.7	0.013	

测定方法	锌标样值 /mg • L ⁻¹	测量值范围 /mg • L ⁻¹	平均值 /mg • L ⁻¹	相对误差	标准偏差
ICP-MS	0.493±0.024		0. 494	0.9	0.008
原子吸收	0.493 ± 0.024	0. 480-0. 500	0. 492	1. 2	0.011

测定方法	镉标样值	测量值范围	平均值	相对误差	标准偏差	
	MACAIA	/mg • L ⁻¹	/mg • L ⁻¹	/mg • L ⁻¹	%	pg-rpc pro-zcc
	ICP-MS	0.140 ± 0.008	0. 138-0. 142	0. 140	0.8	0.007
	原子吸收	0.140 ± 0.008	0. 135-0. 145	0. 141	1.1	0.010

表 1 两种方法的精密度和准确度比较试验结果

水文水资源管理在水利工程中的应用

杨新刚

新疆维吾尔自治区吐鲁番市阿拉沟水库建设管理局 DOI:10.32629/eep.v2i5.276

[摘 要]水利工程在我国社会经济发展具有重要的作用和地位,在进行水利工程建设的过程中,为了提升水利工程建设方案的科学性、合理性与可行性,确保水利工程的质量,促进水利工程建设的顺利进行,必须保证所获取的相关资料信息的准确性。将水文水资源管理工作运用于水利工程中,能够为水利工程项目的开展提供更加准确可靠的资料,促进水利工程的平稳可靠运行。本文根据水文水资源管理的现状和存在的问题展开详细的分析,有针对性的提出一些有效对策来促进和提升水文水资源管理水平。

[关键词] 水文; 水资源; 管理; 问题; 对策

1 水文工作对于水资源管理的重要作用

1.1 控制废水的排污标准,实现水文水质动态同步监测对水资源进行科学合理配置是关键,对于水资源进行保护性管理更是关键,水文监测能够对生活以及生产污水的排放形成实时监测,保证可用水资源不受到污染和破坏,保证自然水体的安全,进而保证公众的生活用水质量能够达到相关的执行标准。水文管理部门会根据本地区的实际情况,制订相应的污水排放标准,保证自然水体不发生继发性的污染和破坏。另外,不容忽视的是,在我国的很多地区居民的用水质量都无法达到相关的水质标准,但是由于水资源的局限,只能继续使用不达标的水体,这些原因的出现大多由于人类的污染所致,对水文实行动态的监测,能够有助于保证居民的用水安全。

1.2 水文资料和水文实时检测对于水资源用量控制管理 具有重要作用随着我国经济发展的速度逐渐加快,对于水资 源的需求量也逐渐增加,但是水资源短缺或者生活用水资源 的质量不过关问题却普遍存在,很多地区是由于天然因素导 致某些矿物质含量超标不能实现水质达标,而更有些地区则 是由于人类生活生产超标排放造成的自然水体污染,这样便 导致合格的水资源更是少之又少,只有实现水资源的合理配 置才能实现水资源利用的可持续性。

2.5 实际样品分析(见表 2)

为检查方法的实用性,对实际样品进行平行测定和加标回收率测定,并与原子吸收法进行比较。从测定结果看,ICP-MS测定结果的精密度比原子吸收法更好一些。

+ ロ タ む	IC	P-MS 测定结果/ug・L ⁻¹			原子吸收测定结果/mg • L ⁻¹					
样品名称	X1	Х2	Х3	平均值	回收率%	X1	X2	Х3	平均值	回收率%
某地表水中 Cu	0.81	0.83	0.85	0.83	99.5	0.001	0.001	0.001	0.001	92. 3
某地表水中 Pb	0.91	0. 95	0.96	0.94	98.3	0.001	0.001	0.001	0.001	99.6
某地表水中 Zn	2. 28	2. 20	2.22	2. 23	95.3	0.02L	0.02L	0.02L	0.02L	101.2
某地表水中 Cd	0.05	0.06	0.05	0.05	95.0	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	103.5

表 2 实际样品分析

3 结束语

实验结果表明,利用 ICP-MS 电感耦合等离子体质谱法

2 水文水资源管理在水利工程中存在的不足之处

2.1 资金投入不足,水文水资源管理的知识不够系统化一方面,水文水资源管理在水利工程中的致命性缺陷就是资金投入不足,这不仅不利于研究课题与项目的深入进展及科研成果难以有效的发挥,还不利于及时的解决水利工程中关于水文水资源的问题。投入资金不足主要表现在各项经费的不到位、不重视水文水资源管理的工作、研究领域过于狭隘等,希望国家注重对该领域的资金投入。另一方面,尤其是在我国某些的偏远地区,对于水文水资源的研究欠缺吸收先进的指导经验,况且起步较晚,发展进程也比较的缓慢,所以要一步一个脚印的向前进步。总之,相关的专业人士要采取积极有效的措施来增加资金的投入,逐步完善水文水资源的知识,使其更加系统化。

2.2 水文水资源管理意识淡薄

由于水文水资源建设项目属于国家公益性事业,应严格按照国家规定的有关程序进行。但是我国多数地区的水文机构管理体系中普遍存在地区保护主义思想,导致水文水资源建设存在地区上的差异和不平衡性。除此之外,许多项目并没有进行严格的程序审查,在建设过程中采取粗放式的管理模式。上述问题均是由于水文水资源管理意识淡薄所造成的,浅薄的水文水资源建设及管理知识导致管理工作不到位。

测定地表水中 Cu、Pb、Zn、Cd 的方法检出限更低, 抗干扰能力更强, 分析效率更高, 能满足地表水监测技术的要求, 可作为地表水、地下水、生活污水、低浓度工业废水中铜、铅、锌、镉的分析使用和推广。

[参考文献]

[1]褚洪波,文新宇.运用"正交试验设计法"于原子吸收分光光度法测定水质中铜、铅、锌、镉的操作条件选择[J]. 仪器仪表与分析监测,1999,(03):60-62.

[1]本刊讯.环保部发布《水质 65 种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》标准[J].纸和造纸,2014,33(08):84.

[3]林巧丽,姚永峰.水中铜、锌、铅、镉检测方法的研究进展[J].山东化工,2018,47(16):50-52.