

环境分析中确定有毒元素所使用的超纯水

Anastasia Khvataeva-Domanov¹, Juhani Virkanen², Glenn Woods³, Pratiksha Rashid⁴, Stephane Mabic¹

1. 默克, 实验室用水, 法国圣昆廷
2. 赫尔辛基大学, 芬兰赫尔辛基
3. 安捷伦技术有限公司 (Agilent Technologies Ltd.), 英国斯托克波特
4. 默克, 实验室用水, 英国费尔特姆

摘要

本文讨论了在环境有毒元素分析中试剂水质量的重要性, 并论证了用默克水纯化系统生产的新鲜超纯水对环境实验室中ICP-OES和ICP-MS痕量元素分析的适用性。

关键字

痕量元素, 金属, 有毒元素, ICP-MS, ICP-OES, 污染, BEC, LOD, 水质, 干扰

引言及水质要求

过去十年当中, 分析仪器灵敏度的大大改善, 改变了我们对环境污染和金属危害的理解, 这些金属包括铍、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锑、钡、汞、铈和铅等。因此产生了许多立法和指引, 规定饮用水¹、海水²、和废水³中有毒金属可以接受或建议的最高浓度。当局所制定的要求继而增加了环境实验室对有毒金属监测的需求。在这些实验室中, 光谱技术是建议用来确定痕量元素的标准仪器。^{4,5} ICP-MS和ICP-OES在水及土壤的环境分析中检测痕量有毒金属中的重要作用, 对超纯水质量提出了更高要求, 超纯水是ICP-MS和ICP-OES分析中最常用的试剂。具体而言, 超纯水用作空白试剂、用于样品和标准样品制备、以及仪器和样品容器的清洗 (图1)。因此, 超纯水不得含有任何金属, 避免分析仪器被污染或对被分析元素造成干扰, 从而确保测量数据的准确性和精度。

结果及讨论

为了充分激发ICP-OES和ICP-MS的最佳性能, 高品质的超纯水是必须的。事实上, 来自实验室试剂的任何污染都会增加背景浓度 (BEC) 和检测限, 从而影响该技术的表现。因此, 常见法规规定了用于ICP-MS或ICP-OES分析所有步骤的试剂水的适用性, 空白试剂中不得检测出任何元素, 或者如果检测得出, BEC相对于预期的分析范围应该是可以忽略不计的。在环境分析中, 水样品中的元素通常处于 $\mu\text{g/L}$ (ppb) 分析范围⁶, 在土壤样品中为 mg/L (ppm) 范围⁷。为了确保在ppb-ppm范围内成功实验, 目标元素的BEC最好不超过ppt或亚ppt范围。此外, 在某些分析¹中, 除了可以忽略不计的污染水平外, 由于LOD (检测限) 是被单独指定的, 因此, 使用具有稳定质量的超纯水至关重要。

为了评估ICP-MS和ICP-OES在环境分析中所需试剂水的适用性, 测量了产自Milli-Q® 水纯化系统的新鲜超纯水中的有毒元素。测得的试剂水的BEC以及在 ng/L 水平, 检测结果见表1。表1显示, 当用Milli-Q® 水时相对于大多数所分析的元素, BEC处于亚ppt或低ppt范围 (试验在常规实验室条件下而洁净室中进行)。如果需达到更低的元素水平, 则应该在洁净室或无金属的实验室环境⁸中进行分析, 并且使用额外的过滤步骤, 例如Q-POD® 元素级装置, 可以使BEC达到亚ppt和ppq水平。^{9,10}



图1. ICP-MS和ICP-OES分析中所使用的不同类型的超纯水

元素	Milli-Q® 水BEC (ppt)	ICP-MS DL (ppt)
⁹ 铍	0.24	0.28
⁵² 铬	2.10	0.37
⁵⁵ 锰	2.64	0.14
⁵⁶ 铁	0.60	0.19
⁵⁸ 镍	0.76	0.18
⁶³ 铜	0.19	0.11
⁶⁶ 锌	3.20	1.17
⁷⁵ 砷	3.10	0.72
¹¹¹ 镉	0.06	0.20
¹²¹ 铟	0.06	0.11
¹³⁷ 钡	3.90	0.50
²⁰² 汞	0.46	0.61
²⁰⁵ 铊	0.50	0.21
²⁰⁸ 铅	1.37	0.33

表1. 在常规实验室条件下(而非洁净室中)测得的新鲜产制的超纯水中的元素水平 (ng/L)。

实验步骤

由装备有Q-Gard®和Quantum®TEX滤芯、Millipak®最终过滤器、进水来自Elix®基本型5水纯化系统的默克Milli-Q® Advantage A10水纯化系统所生产的新鲜超纯水样品,用Agilent® 7700s仪器分析了铍、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锑、钡、铊和铅的水平,并用Agilent® 7500s仪器分析了锌的水平。

来自装备有QPAK® TIX滤芯和Millipak®最终过滤器的默克Milli-Q®直接式水纯化系统的超纯水样品,用Agilent® 7500s ICP-MS仪器分析了汞的水平。所有实验均在常规实验室条件下(而非洁净室中)进行。

Agilent® 7700s的仪器详情及参数:PFA(过氟烷氧基)-50喷雾器,PFA喷雾舱,蓝宝石惰性火炬,石英2.5 mm内径火炬喷嘴,铂金采样和截取锥,RF功率600 / 1600 W,采样位置12 / 8 mm,运载气体流量0.90 L/min,补充气体流量0.32 / 0.51 L/min,自动检测器模式,通过1、5、10、50 ng/L校准。Agilent® 7500s的仪器详情及参数:石英喷雾器,石英喷雾舱,石英2.5 mm内径火炬喷嘴,镍采样和截取锥,RF功率1300 / 1550 W,采样位置8 mm,运载气体流量0.96 L/min,补充气体流量0.23 L/min,自动检测器模式,通过1、20、50、100 ng/L校准。

Agilent® 7700s实验所使用的校准标准样品为Agilent®和SPEX CertiPrep®的混合,Agilent® 7500s实验所使用的是ROMIL PrimAg®-xtra。容器全部为用超纯水预先清洁的PFA。来自默克水纯化系统的所有超纯水样品(Milli-Q®水,电阻率为18.2 MΩ·cm,TOC低于5 ppb)均是在收集后立即分析。

结论

本文讨论了有毒元素分析中试剂水质量的重要性,并证明了Milli-Q®水纯化系统生产的超纯水中元素含量低。执行痕量元素分析的实验室可以信赖Milli-Q®水纯化系统来满足他们对实验中最高纯度纯水的严格要求。选用来自Milli-Q®系统的超纯水进行痕量元素分析,将有助于确保生成优质数据。

参考资料

1. Official Journal of the European Communities, Council Directive 98/83/EC of 3 November 1998. <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:1998:330:0032:0054:EN:PDF>
2. Canadian Environmental Quality Guidelines, Summary Table. <http://st-ts.ccme.ca/>
3. European Union Urban Waste Water Treatment Directive, Council Directive 91/271/EEC. <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CONSLEG:1991L0271:20081211:EN:PDF>
4. World Health Organization, Guidelines for drinking-water quality, fourth edition, (2011), Chapter 8 Chemical Aspects, p 170. http://www.who.int/water_sanitation_health/publications/2011/9789241548151_ch08.pdf
5. IS 3025 (Part 04): Method of Sampling and Test (Physical and Chemical) for Water and Wastewater, Part 04: Colour (First Revision). http://archive.org/stream/gov.law.is.3025.04.1983/is.3025.04.1983_djvu.txt
6. S. Su, B. Chen, M. He, B. Hu, Talanta, 123, 2014, 1-9.
7. Finnish Ministry of the Environment, Threshold of toxic compounds and metals in soil (Maaperän kynnys- ja ohjearvojen määrittämisperusteet), Suomen Ympäristö, 23, 2007, p.96. <http://www.ymparisto.fi/download/noname/%7BC633F084-8595-4032-BDD8-EFD539D4AED1%7D/91488>
8. I. Rodushkin, E. Engstrom, D.C. Baxter, Anal Bioanal Chem., 396, 2010, 365-337.
9. N. Ishii, S. Mabic, Optimal Water Quality for Trace Elemental Analysis, Merck, Lab Water Application Note, (2011).
10. A. Khvataeva-Domanov, G. Woods, S. Mabic, Poster: Choosing optimal high purity water source in accordance to ICP-MS application needs and laboratory environment, Winter Conference on Plasma Spectrochemistry 2014, January 6 - 11 on Amelia Island, Florida, USA.

如需订购或获得技术帮助：

在欧洲，请致电客户服务人员：

法国：0825 045 645

德国：069 86798021

意大利：848 845 645

西班牙：901 516 645选1

瑞士：0848 645 645

英国：0870 900 4645

欧洲其他国家，请致电：+44 (0) 115 943 0840

或者浏览：merckmillipore.com/offices

如需技术服务，请浏览：merckmillipore.com/techservice

merckgroup.com/life-science

