

丙二醇甲醚醋酸酯中金属元素的 ICP-MS 测定

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

OptiMass 9500 型电感耦合等离子体飞行时间质谱仪，超纯水仪，分析天平，马弗炉，电加热炉，坩埚，容量瓶。

K, Mg, Na, Ca, Fe, Ni, Pb, Zn, Cr, Cu 元素混合标准溶液 (1000mg/L), 使用时采用 1% 硝酸水溶液稀释至所需浓度；高纯氩气；硝酸（优级纯）。

1.2 仪器条件

1 仪器条件

Cal Curve Type	Linear Least Squares
Sample Introduction	Manual
SmartGate Ranges	(10-21) , (39.4-42)
Acquisition Time	5
Replicates	3
Sample Intro Time	30
Sample Pump Speed	10
Flush Pump Speed	30
Flush Time	10
Rinse Time	10
Rinse Pump Speed	10
Torch X position (mm)	6.8
Torch Y position (mm)	0
Torch Z position (mm)	-0.2
Gasbox nebulizer flow (l/min)	0.86
Gasbox plasma flow (l/min)	10
Gasbox auxiliary flow (l/min)	0.5
Generator set power (W)	1200
Skimmer (V)	-1500
Extraction (V)	-1300
Z1 (V)	-500
Y Mean (V)	-100
Y Deflection (V)	0
Z Lens Mean (V)	-1000
Z Lens Deflection (V)	-20
Lens Body (V)	-150
Fill (V)	-30
Fill Bias (V)	0

Fill Grid (V)	-13
Pushout Grid (V)	-380
Pushout Plate (V)	650
Blanker (V)	150
Reflectron (V)	750
Multiplier Gain (V)	2800
Detector Time C0 Work (ns)	-828.084
Detector Time C1 Work	2004.83
Blanker Time C0 (ns)	158.339
Blanker Time C1	247.582

1.3 标准溶液的配制

分别准确移取 0.25mL Fe, Ni, Pb, Zn, Cr, Cu 元素, 5mL K, Na, Ca, Mg 的 1000 μ g/mL 母液于 50mL 容量瓶中, 加入 0.5mL 浓硝酸, 用水定容至刻度摇匀, 即配成 Fe, Ni, Pb, Zn, Cr, Cu 元素浓度为 5 μ g/mL, K, Na, Ca, Mg 元素浓度为 100 μ g/mL 的标准中间溶液; 分别取适量多元素标准中间液于 50mL 容量瓶中, 用 1% 硝酸溶液定容至刻度稀释至所需浓度摇匀备用。

表 2 标准使用溶液浓度

序号	元素	标准系列溶液浓度 (μ g/L)				
		浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5
1	Fe	0	10	20	50	100
2	Cu	0	10	20	50	100
3	Zn	0	10	20	50	100
4	Cr	0	10	20	50	100
5	Ni	0	10	20	50	100
6	Pb	0	10	20	50	100
7	K	0	200	400	1000	2000
8	Na	0	200	400	1000	2000
9	Ca	0	200	400	1000	2000
10	Mg	0	200	400	1000	2000

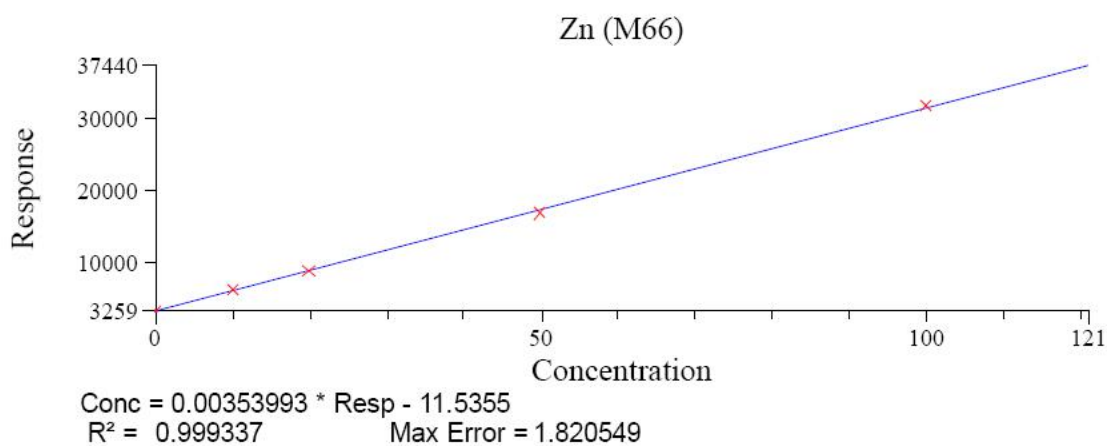
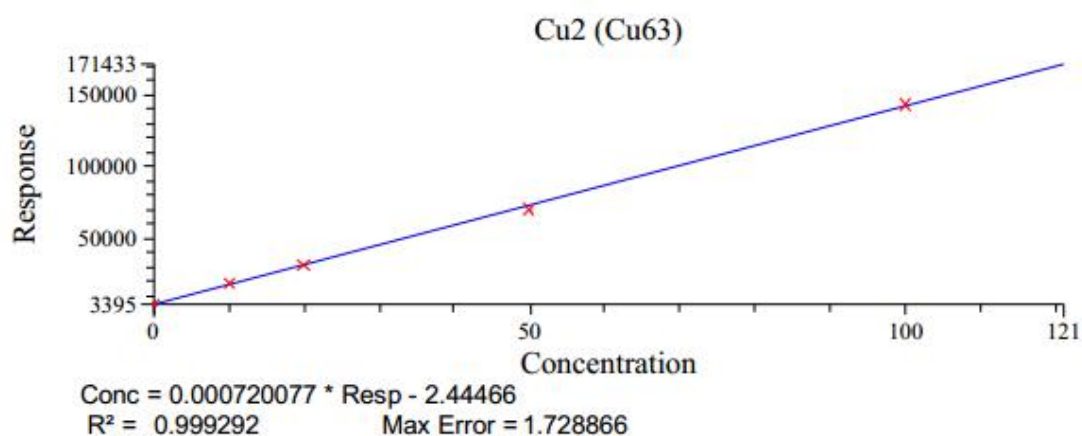
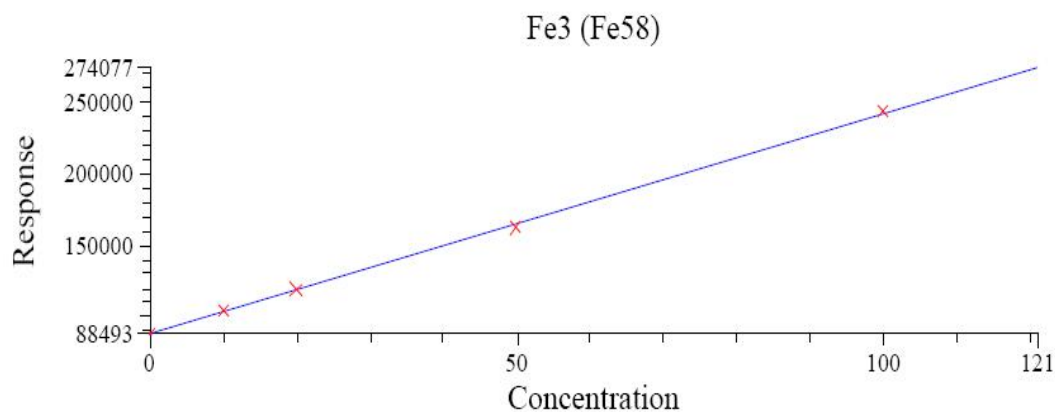
1.4 样品处理

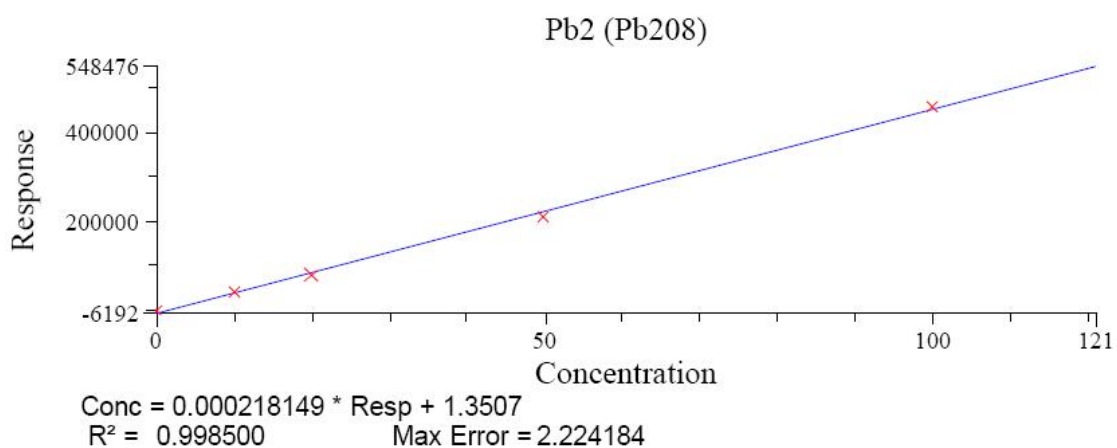
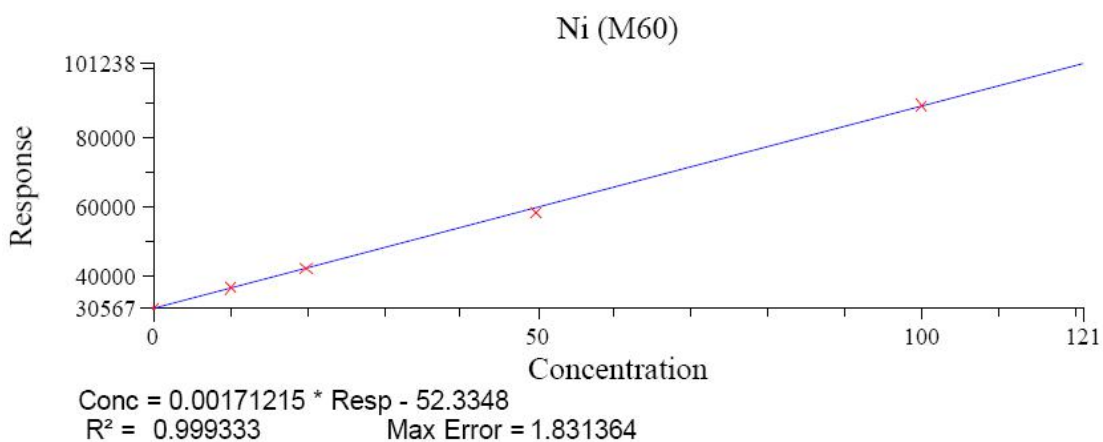
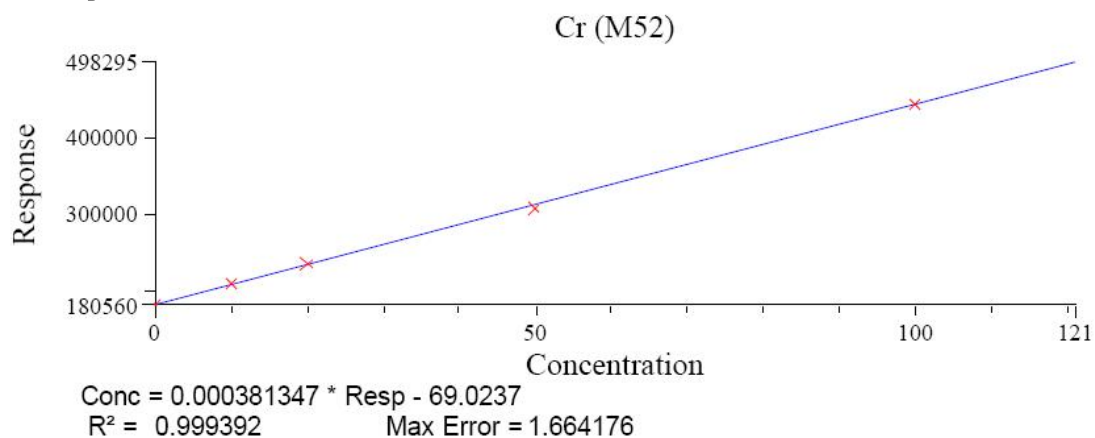
准确称量 2g 丙二醇甲醚醋酸酯样品于坩埚中, 置于电加热炉上蒸发至干, 然后放入马弗炉中 500 $^{\circ}$ C 灰化 2h, 加入 2mL 硝酸于电炉上加热溶解并赶酸至约 1mL 后, 用去离子水多次冲洗后转移至 25mL 容量瓶中, 去离子水定容至刻度,

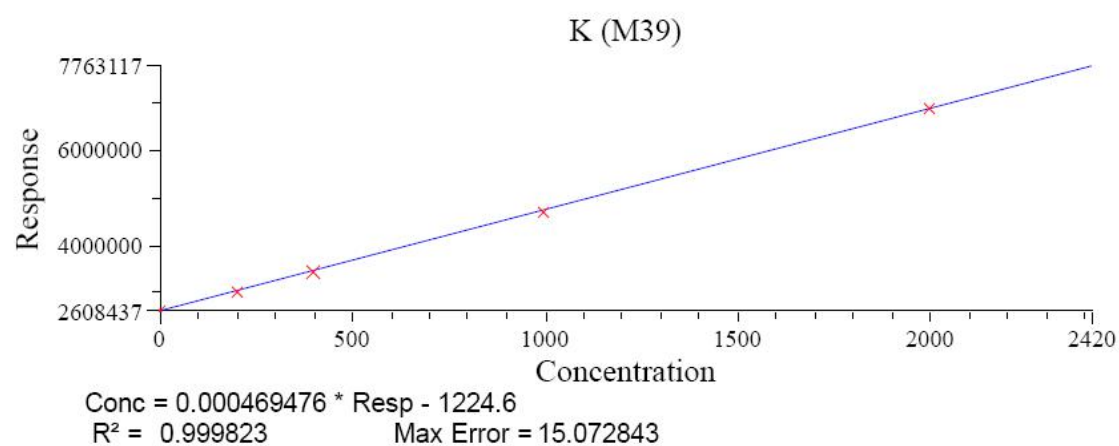
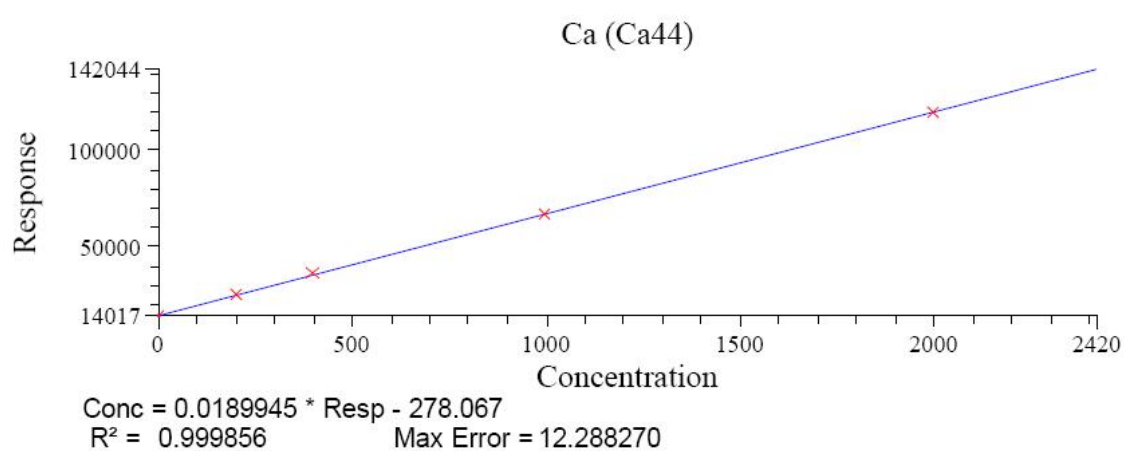
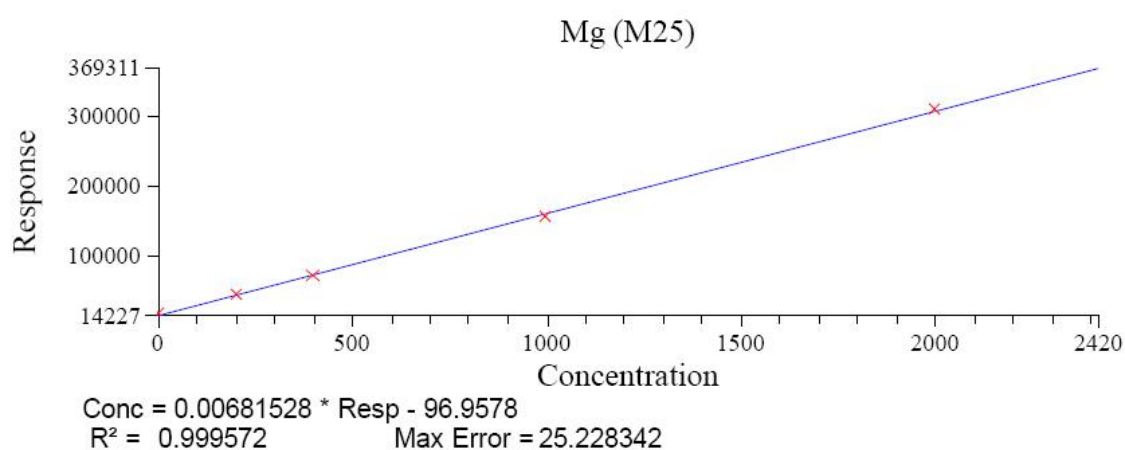
摇匀，然后用滤纸过滤，滤液待测。

2 实验结果

2.1 标准曲线







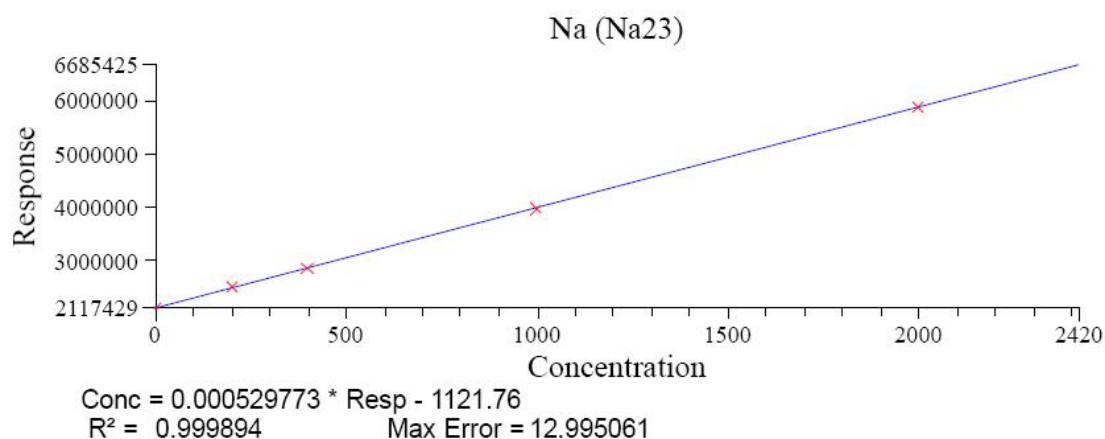


表 3 元素线性方程及检测限

序号	元素	定量离子	线性方程	线性相关系数	检测限 ng/mL
1	Fe	58	Conc = 0.000651997 * Resp - 57.6973	0.999278	4.18
2	Cu	63	Conc = 0.000720077 * Resp - 2.44466	0.999292	0.13
3	Zn	66	Conc = 0.00353993 * Resp - 11.5355	0.999337	2.11
4	Cr	52	Conc = 0.000381347 * Resp - 69.0237	0.999392	6.06
5	Ni	60	Conc = 0.00171215 * Resp - 52.3348	0.999333	4.58
6	Pb	208	Conc = 0.000218149 * Resp + 1.3507	0.999012	0.04
7	K	39	Conc = 0.000469476 * Resp - 1224.6	0.999823	95.31
8	Na	23	Conc = 0.000529773 * Resp - 1121.76	0.999894	50.12
9	Ca	44	Conc = 0.0189945 * Resp - 278.067	0.999856	11.51
10	Mg	25	Conc = 0.00681528 * Resp - 96.9578	0.999572	11.89

表 4 样品测定结果

元素 样品	Mg	Ca	Fe	Cu	Zn	Cr	Na	Ni	Pb	K
1 号样	1.15	3.75	0.22	0.04	1.60	ND	3.32	0.046	0.004	ND
2 号样	0.80	2.09	0.18	0.08	2.30	ND	2.95	0.034	0.003	ND

注：ND 表示未检出