

解决方案 | ICP 检测二次精制盐水中的钙、镁等元素

简介

盐水是指含有一定浓度氯化钠的水溶液，广泛应用于食品、冶金和化工行业。盐水中的微量元素如 Ca、Mg、Sr、Ba、Fe 等含量对于盐水的用途及品质有重要的影响。电感耦合等离子体法因其具有灵敏度高、操作简单并且可以同时测定多种元素等优点，被广泛应用到多元素微量及痕量测定中。但是在高盐基体要分析低浓度的微量元素杂质对 ICP 分析往往是一大挑战。

本文利用 GBC Quantima 电感耦合等离子体发射光谱仪配备仪器自带氦气加湿器探讨了二次精制盐水中 Ca、Mg、Sr、Ba、Fe 等元素测定的工作参数，并进行测试，该方法的准确度、精密度符合痕量分析的要求。

仪器

GBC Quantima 电感耦合等离子体发射光谱仪

实验条件

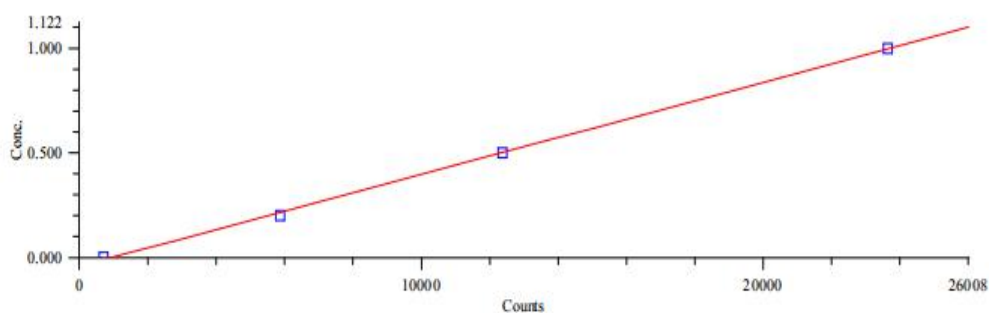
| 元素 | 波长 (nm) | Power (W) | Neb (L/min) | Height (mm) | Plasma (L/min) | Aux (L/min) |
|-----------|--------------|--------------|----------------|----------------|-------------------|----------------|
| Fe (II) | 238.204 | 1100 | 0.80 | 6.0 | 11.0 | 0.5 |
| Al (I) | 396.152 | 1100 | 0.80 | 6.0 | 11.0 | 0.5 |
| Ca (II) | 396.847 | 1000 | 0.60 | 6.0 | 11.0 | 0.5 |
| Mg (II) | 279.533 | 1100 | 0.60 | 6.0 | 10.0 | 0.5 |
| Ni (II) | 231.604 | 1100 | 0.70 | 6.0 | 11.0 | 0.5 |
| Ba (II) | 493.409 | 1100 | 0.60 | 6.0 | 11.0 | 0.5 |
| Sr (II) | 407.771 | 1100 | 0.60 | 6.0 | 11.0 | 0.5 |

实验步骤

直接稀释上机检测。

标准曲线

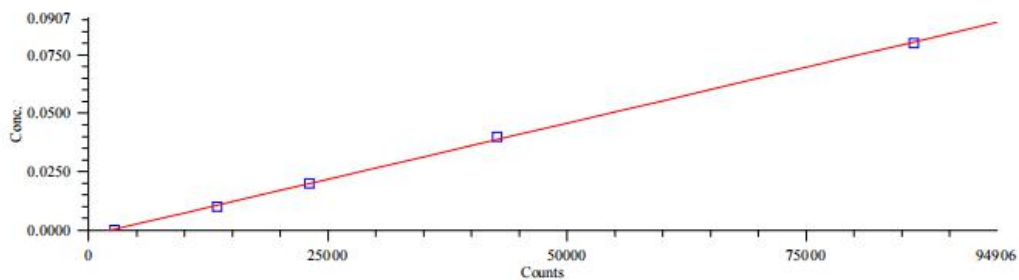
Fe II 238.204 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|---------|-----------|-----------|--------|
| Blank | 704.571 | 0 | -0.01199 | *** |
| Standard 3 | 5871.12 | 0.2000 | 0.2151 | 7.55 |
| Standard 2 | 12366.2 | 0.5000 | 0.5006 | 0.119 |
| Standard 1 | 23643.7 | 1.000 | 0.9963 | -0.370 |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | -0.04296 | 4.396e-5 | 0.9993 |

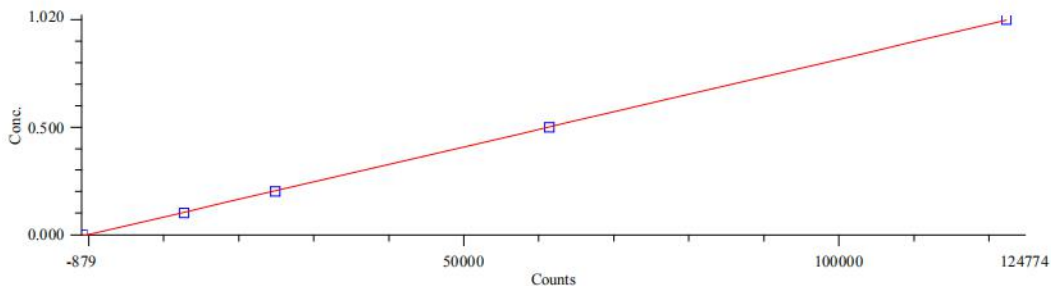
Mg II 279.553 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|---------|-----------|-----------|--------|
| Standard 1 | 86278.3 | 0.08000 | 0.08058 | 0.730 |
| Standard 2 | 42694.5 | 0.04000 | 0.03871 | -3.24 |
| Standard 3 | 23059.4 | 0.02000 | 0.01984 | -0.803 |
| Standard 4 | 13424.9 | 0.01000 | 0.01058 | 5.82 |
| Blank | 2712.61 | 0 | 0.0002890 | *** |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | -0.00232 | 9.609e-7 | 0.9994 |

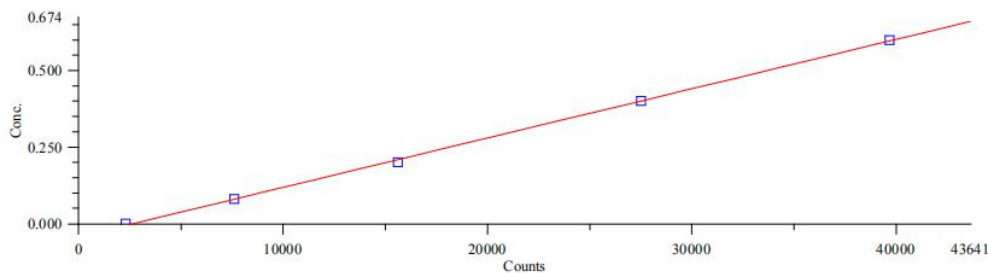
Ni II 231.604 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|----------|-----------|-----------|--------|
| Blank | -879.163 | 0 | -0.006676 | *** |
| Standard 4 | 12692.8 | 0.1000 | 0.1040 | 4.02 |
| Standard 3 | 24833.8 | 0.2000 | 0.2030 | 1.52 |
| Standard 2 | 61414.6 | 0.5000 | 0.5014 | 0.280 |
| Standard 1 | 122328 | 1.000 | 0.9982 | -0.179 |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | 4.949e-4 | 8.156e-6 | 0.9999 |

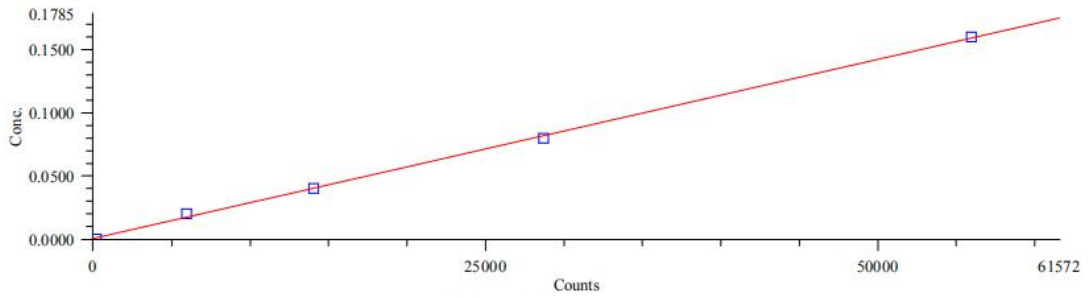
Ca II 396.847 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|---------|-----------|-----------|--------|
| Blank | 2282.54 | 0 | -0.005832 | *** |
| Standard 4 | 7615.00 | 0.08000 | 0.08008 | 0.0955 |
| Standard 3 | 15599.5 | 0.2000 | 0.2087 | 4.36 |
| Standard 2 | 27503.3 | 0.4000 | 0.4005 | 0.122 |
| Standard 1 | 39673.7 | 0.6000 | 0.5966 | -0.574 |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | -0.04261 | 1.611e-5 | 0.9995 |

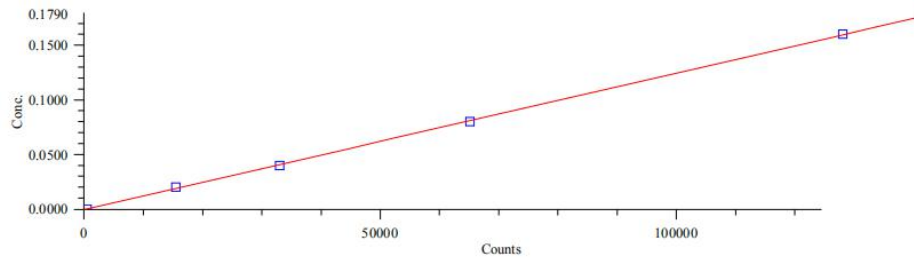
Ba II 493.409 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|---------|-----------|-----------|--------|
| Standard 1 | 55974.6 | 0.1600 | 0.1592 | -0.509 |
| Standard 2 | 28713.7 | 0.08000 | 0.08194 | 2.42 |
| Standard 3 | 14046.6 | 0.04000 | 0.04037 | 0.934 |
| Standard 4 | 5936.72 | 0.02000 | 0.01739 | -13.0 |
| Blank | 191.262 | 0 | 0.001112 | *** |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | 5.697e-4 | 2.834e-6 | 0.9992 |

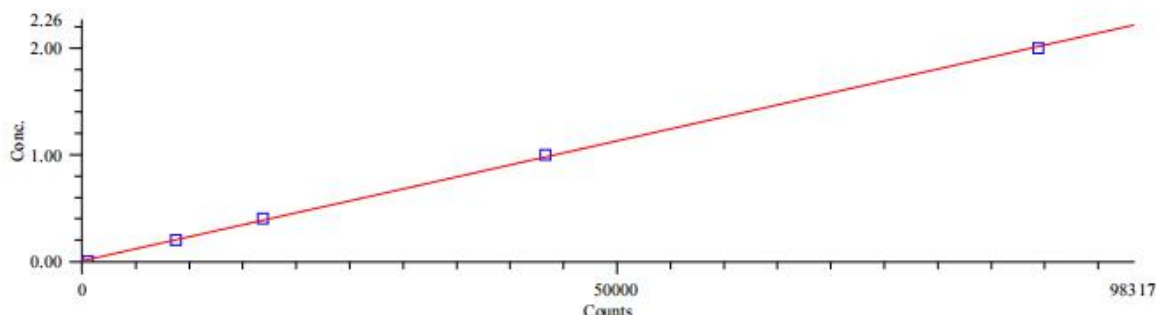
Sr II 407.771 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|---------|-----------|------------|--------|
| Standard 1 | 128133 | 0.1600 | 0.1595 | -0.293 |
| Standard 2 | 65103.2 | 0.08000 | 0.08082 | 1.03 |
| Standard 3 | 33010.0 | 0.04000 | 0.04075 | 1.87 |
| Standard 4 | 15460.3 | 0.02000 | 0.01883 | -5.85 |
| Blank | 436.417 | 0 | 0.00006987 | *** |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | -4.75e-4 | 1.249e-6 | 0.9998 |

Al I 396.152 nm (mg/L)



| Standard | Counts | Real Conc | Calc Conc | % Diff |
|------------|---------|-----------|-----------|--------|
| Blank | 524.479 | 0 | 0.01910 | *** |
| Standard 4 | 8750.36 | 0.2000 | 0.2036 | 1.82 |
| Standard 3 | 16884.6 | 0.4000 | 0.3861 | -3.47 |
| Standard 2 | 43294.8 | 1.000 | 0.9786 | -2.14 |
| Standard 1 | 89379.5 | 2.000 | 2.013 | 0.625 |

| Calibration Coefficients | C0 | C1 | R |
|--------------------------|----------|----------|--------|
| | 0.007333 | 2.243e-5 | 0.9995 |

分析结果：

单位：mg/L

| 元素 | 样品 |
|----|--------|
| Fe | 0.0030 |
| Al | 0.080 |
| Ca | 0.042 |
| Mg | 0.0023 |
| Ni | 未检出 |
| Ba | 未检出 |
| Sr | 0.0034 |

总结

本文探讨了电感耦合等离子体发射光谱法测定二次精制盐水中的 Ca、Mg、Sr、Ba、Fe 等元素测定的工作参数，并进行测试，该方法的准确度、精密度符合痕量分析的要求。GBC Quantima 仪器中配备氙气加湿器，可避免雾化器堵塞和炬管积盐等问题。同时该实验中需要注意：因氯化

钠含量较高需采用基体匹配法配制标准曲线（氯化钠需要用光谱纯或者同等级别纯度），同时为了避免雾化器堵塞和矩管积盐等问题，在配有加湿器的情况下，同时溶液含有 4%硝酸。检测样品时进样一次后需用 2%硝酸溶液冲洗管路 1min 左右，再进行下一次进样检测。