

自然铜中半金属元素的测定

摘要

本方案参考《中国药典》建立了一种利用超级微波消解仪，莱伯泰科电感耦合等离子体质谱仪进行检测的方法。经样品分析验证，加标回收率在 80~120%，结果准确可靠。

该方案用酸量少，全密闭消解，超高温超高压的消解条件，有效减少试剂空白，避免和减少试剂对分析人员造成的健康危害。检测结果证明使用迈尔斯通超级微波消解，莱伯泰科电感耦合等离子体质谱仪进行检测，方法准确性好、精密度高。

关键词：

岩矿 自然铜 半金属 超级微波消解仪 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 中国药典

1. 仪器设备

subCLEAN 高纯酸制备系统，Milestone；

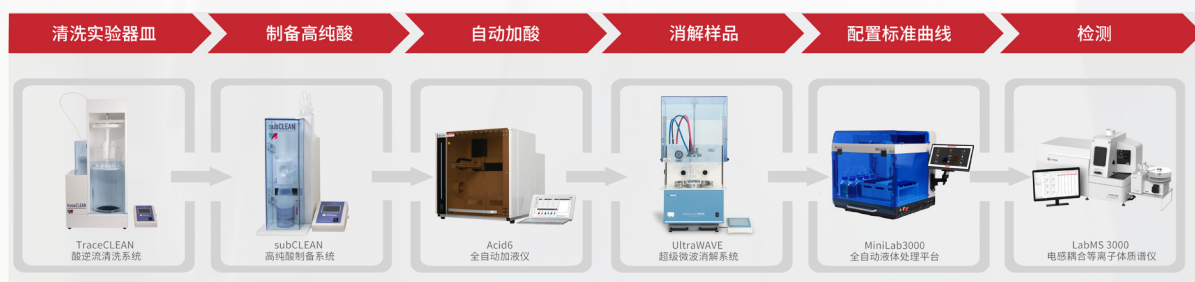
TraceCLEAN 酸逆流清洗系统，Milestone；

Acid 6 全自动加液仪，莱伯泰科；

MiniLab 3000 液体处理平台，莱伯泰科；

Ultra WAVE 超级微波消解系统超级微波消解仪，Milestone；

LabMS 3000 电感耦合等离子体质谱仪，莱伯泰科；



2. 标准溶液配制

使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台进行标准溶液的配制，设置程序，仪器自动配置 0.0、1.0、5.0、10.0、20.0、50.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作曲线。

3. 样品前处理

3.1 把相应的硝酸和盐酸和氢氟酸导入到 subCLEAN 高纯酸制备系统中，运行相应程序，得到纯化好的酸，待用。将需要清洗的消解罐放入到 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统中，运行相应程序，等待程序运行结束，再将清洗好的罐体拿出，待用。

3.2 称取 $0.1 \pm 0.001\text{g}$ 样品放到消解罐中，使用加液仪依次加入硝酸，盐酸，氢氟酸，盖上盖子，运行微波程序：

表 1 微波程序

步骤	时间	温度	功率
Step1	5min	160°C	1500W
Step2	10min	160°C	1500W
Step3	5min	220°C	1500W
Step4	15min	220°C	1500W
Step5	5min	260°C	1500W
Step6	30min	260°C	1500W

3.3 按照设定的程序运行完毕后，160°C进行赶酸，赶至近干后用超纯水定容至 50mL，摇匀后静置待测，采用相同的方法制备全流程样品空白。

4. ICP-MS 仪器条件

表 2 质谱仪条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
RF 功率 (W)	1350	碰撞气流速 (L/min)	3.5
等离子体气流量 (L/min)	13.5	泵速 (rpm)	40
辅助气流量 (L/min)	0.8	雾化器 / 雾化室类型	高盐 / 旋流雾化室
载气流速 (L/min)	0.95	采样 / 截取锥材质	铂

5. 结论

5.1 标准曲线

用 MiniLab 3000 全自动液体处理平台配置的标准曲线，曲线方程及线性相关系数见表 3

表 3 两种目标物校准曲线数据

序号	目标物	校准方程	r
1	砷	$y=0.002x$	0.9998
2	锆	$y=0.005x$	0.9999

5.2 准确性、精密度

通过 Milestone 超级微波消解仪消解样品，莱伯泰科电感耦合等离子体质谱仪检测，方法的加标回收率在 95.3~115.1%，RSD 为 3.1 和 4.5%。

6. 方案特点

Milestone 超级微波消解仪实现了不同样品、不同质量、不同加酸体系同时上机消解，满足了同时消解的要求，大大节省了实验时间。超高温超高压的实验条件，降低实验时间，大大提高了工作效率。全密闭的消解条件，有效减少目标元素损失，降低环境污染。较少的加酸量，降低成本的同时，也减少了试剂所以对实验结果带来的影响。莱伯泰科电感耦合等离子体质谱仪，高性能半导体控温雾室，精准控温，杜绝环境温度影响；超强机体耐受性，高盐样品有机样品直接进样；干扰消除效率高；此两款仪器使用方法简便、操作灵活，适用于自然铜中半金属元素的检测分析。

参考文献：1，《中国药典》2020版

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号