



Prodigy Plus 对挥发性有机溶剂(甲醇)微量元素的测定

I 概述

使用 ICP 光谱仪测量挥发性有机溶剂中的微量元素历来都是一项极具挑战的任务。 挥发性有机溶剂在 ICP 进样系统中的传输效率远高于水样的传输效率,可使等离子体过载并熄灭。本技术文档详述了使用美国 Teledyne Leeman Labs 电感耦合等离子体发射光谱



仪搭配 Teledyne CETAC 超声波雾化器/膜去溶系统后测试挥发性有机溶剂 (甲醇)的效果。

II 实验

仪器

Prodigy Plus 电感耦合等离子体发射光谱仪(采用中阶梯光栅结合百万像素大面积 COMS 检测器,焦距 800 mm,配置轴向观测+卤素附件)

U6000AT+超声波雾化/膜去溶系统(在超声波雾化器的基础上增加了第二级膜去溶装置, 具有更高的去除溶剂效率)

操作条件

表 1 仪器参数

| Prodigy Plus 参数 | | | |
|-----------------|-------------------|--|--|
| 参数 | 设定值 | | |
| RF功率 | 1.2KW | | |
| 冷却气流量 | 16L/min | | |
| 辅助气流量 | 0.5L/min | | |
| 雾化气压力 | 30psi | | |
| 提升速率 | 60rpm(约为 2mL/min) | | |
| 炬管 | 可拆卸式 2.5mm 中心管 | | |
| 积分时间 | 60s | | |
| U6000AT+参数 | | | |
| 加热温度 | 140°C | | |
| 冷却温度 | 3°C | | |
| 膜去溶加热温度 | 160°C | | |
| 吹扫气流量 | 1.79L/min | | |









标准曲线

表 2 仪器参数

| 元素 | Std0 (mg/L) | Std1 (mg/L) |
|-------|-------------|-------------|
| K, Cl | 0 | 10.0 |
| Si | 0 | 0.5 |
| 其它元素 | 0 | 1.0 |

III 结果

曲线经过校准后,分析了一个分析纯的甲醇样品和一个 HPLC 级甲醇样品。 每个样品取 5 个平行样,每个平行样重复 3 次,计算两种不同类别的甲醇试剂中元素的检测限。最终结果是将各元素的标准偏差(SD)乘以 3 计算出来的各元素的检出限。

对 5 个平行样的结果进行平均,得出如下检出限:

| | ARG | HPLC | Specification |
|-------------------------|------|------|---------------|
| | μg/L | μg/L | μg/L |
| Ag 338.289 | 0.15 | 0.36 | ≤ 20.0 |
| Al 167.079 | 0.99 | 0.74 | ≤50.0 |
| As 193.759 | 4.4 | 6.0 | ≤5.0 |
| Au 267.595 | 1.5 | 1.1 | ≤20.0 |
| B 208.890 | 4.2 | 3.2 | ≤10.0 |
| Ba 455.403 | 3.7 | 0.10 | ≤20.0 |
| Ca 317.933 | 1.6 | 0.71 | ≤50.0 |
| Cd 214.441 | 0.98 | 0.75 | ≤20.0 |
| Co 236.379 | 2.0 | 1.4 | ≤20.0 |
| Cr 283.563 | 1.1 | 0.55 | ≤20.0 |
| Cu 324.754 | 1.4 | 0.78 | ≤10.0 |
| Fe 259.940 | 1.6 | 0.86 | ≤50.0 |
| Ga 403.299 | 2.5 | 1.1 | ≤50.0 |
| Ge 265.117 | 1.5 | 3.1 | ≤50.0 |
| K 766.491 | 2.2 | 3.4 | ≤50.0 |
| Li 670.784 | 0.85 | 0.41 | ≤50.0 |
| Mg 279.553 | 1.3 | 0.75 | ≤50.0 |
| Mn 257.610 | 1.5 | 0.69 | ≤10.0 |
| Mo 281.615 | 1.2 | 0.81 | ≤300.0 |
| Na 589.592 | 0.62 | 0.69 | ≤50.0 |
| Ni 231.604 | 1.7 | 1.6 | ≤50.0 |
| PO ₄ 178.283 | 12 | 12 | ≤100.0 |
| Pb 220.353 | 5.0 | 4.0 | ≤50.0 |
| SO ₄ 180.731 | 17 | 31 | ≤100.0 |
| Sb 217.581 | 1.8 | 1.3 | ≤5.0 |
| Si 251.611 | 4.8 | 3.9 | ≤50.0 |
| Sn 189.991 | 23 | 14 | ≤50.0 |
| Sr 407.771 | 0.09 | 0.07 | ≤10.0 |
| Ti 334.941 | 0.36 | 0.17 | ≤20.0 |
| V 310.230 | 0.52 | 0.44 | ≤300.0 |
| Zn 202.548 | 1.8 | 1.0 | ≤50.0 |
| Zr 339.198 | 0.19 | 0.07 | ≤300.0 |
| CI 134.720 | 203 | 208 | ≤100.0 |









IV 结论

美国 Teledyne Leeman Labs 电感耦合等离子体发射光谱仪 Prodig Plus 与 Teledyne CETA 超声波雾化/膜去溶系统 U6000AT+联用,直接分析了甲醇等高挥发性有机溶剂中的微量元素。得益于 Prodig Plus 稳定且强劲的 40.68 MHz 等离子体,挥发性有机溶剂无需稀释可以直接进样,以简单的样品前处理方式获得了良好的检出限。



