

环境

根据美国环境保护署 (EPA) 方法 6020B (SW-846) 对各种水和废水样品进行稳健的分析

作者

Bhagyesh Surekar¹, Daniel Kutscher¹, Mike Mourgas²

¹ 赛默飞世尔科技, 德国不莱梅市

² 赛默飞世尔科技, 美国佛罗里达州 西棕榈滩

关键词

ICP-MS; EPA 方法 6020B; iCAP RQplus; 稳健性; 基质耐受性; 氩气稀释; 质量控制; 合规性

目标

为评价和证明 Thermo Scientific™ iCAP™ RQplus ICP-MS 的性能, 根据美国 EPA 方法 6020B 的合规要求, 对各种废水样品进行稳健的分析

引言

由于气候变化、人口增长和持续工业化等因素的影响, 各类固体和液体废物正在进入或排放到环境中, 对生态系统造成了破坏。尽管全球各国已采取若干预防措施, 以控制这些废物进入环境并保护环境免受污染, 但是要想将这些人为污染源降低到零, 难度极大。

美国环境保护署 (EPA) 固体废物和应急响应办公室 (OSWER) 和资源保护和回收办公室 (ORCR) 负责根据《资源保护与恢复法》(RCRA) 对所有废物进行监管。

RCRA 的目标是:

1. 保护公众免受废物处置的危害
2. 通过回收、再利用, 节约能源和自然资源
3. 减少或消除废物
4. 清理可能已经溢出、泄漏或处置不当的废物。

标题为“用于评价固体废物的试验方法、物理/化学方法”的 OSWER/ORCR 出版物 SW-846 是 EPA 分析和取样方法的官方纲要，这些方法已接受评估并批准用于 RCRA 法规相关分析。SW-846 的功能主要是作为指导性文件，其规定了受监管机构和监管机构在响应 RCRA 相关采样和分析要求时使用的可接受（尽管未作要求）方法。SW-846 是一份随着新信息和数据开发而不断变化的多卷文档。1980 年，EPA 首次发布 SW-846，目前最新的版本为第五版。

作为最新版本的一部分，该 EPA 方法已修订为 EPA 方法 6020B，该方法提供了关于目标分析物、检出限、样品收集、制备和储存以及执行此类分析时遵循的各种质量控制协议的指南。

本应用指南探讨了为利用 iCAP RQplus ICP-MS 进行水和废水样品分析而开发的分析方法的总体工作流程，这一流程为含高溶解性固体（如废水和固体废物）样品的有效无故障分析提供了全面的解决方案。采用 Thermo Scientific™ Qtegra™ Intelligent Scientific Data Solution™ (ISDS) 软件，控制 iCAP RQplus ICP-MS 仪器，生成、处理和报告分析数据，确保包括所有适用的质控 (QC) 检查在内的整个工作流程满足 EPA 方法 6020B 所述的要求。为了验证仪器在一段时间内的一致性能，连续三天重复 200 个样品的序列，从而成功完成了 600 个未知样品的分析工作。

实验

仪器参数和实验条件

本研究采用 iCAP RQplus ICP-MS 仪器，该仪器包括一个完整的附件，无需事先离线稀释，即可在溶解固体含量增加的情况下进行样品的直接分析。这是通过 iCAP RQplus ICP-MS 仪器自带的氦气稀释系统实现分析的。为了实现无人值守操作，搭配使用 Thermo Scientific™ iSC-65 自动进样器进行进样操作。进样系统的配置采用了包括 MicroMist™ 雾化器 (400 $\mu\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)、镍采样锥和截取锥、旋流雾化室、2.5 mm 石英中心管和石英炬管在内的组件，汇总信息如表 1 所示。在 KED 模式下运行 iCAP RQplus ICP-MS，以纯氦气作为唯一的碰撞池气体，消除了对各种分析物的潜在多原子干扰。表 1 还汇总了研究期间使用的典型仪器参数。

表 1. 仪器配置和典型操作参数

参数	数值
雾化器	MicroMist 雾化器 (400 $\mu\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)
接口	镍采样锥和截取锥
嵌片	高基体
雾化室	石英旋流雾化室
中心管	石英中心管，内径 2.5 mm
炬管	石英炬管
辅助气流量 ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)	0.8
冷却气流量 ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)	14
雾化气流量 ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$)	0.26
AGD 设置	中档
附加气，氦气 (全量程%)	65
RF 功率 (W)	1550
重复次数	3
雾化室温度 ($^{\circ}\text{C}$)	2.7
KED 设置 (气体流量, $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$)	4.8 (3V 动能歧视电压)
扫描次数	5

使用内置的调谐序列，对 iCAP RQplus ICP-MS 进行自动调谐，以优化所有关键参数，例如进样系统和透镜电压的相关参数。该现成可用的调谐序列可以帮助所有人轻松设置和操作仪器，达到所需的灵敏度和基质耐受性。

在进行分析之前，利用 Qtegra ISDS 软件中可用的自动化性能检查，验证仪器的性能。在该性能检查中，对 ^7Li 、 ^{59}Co 、 ^{115}In 、和 ^{238}U 的灵敏度进行了检查。还分别利用 $^{140}\text{Ce}^{16}\text{O}^+ / ^{140}\text{Ce}^+$ 和 $^{137}\text{Ba}^{++} / ^{137}\text{Ba}^+$ 比率检查了与等离子体相关的其他性能参数，如氧化物和双电荷离子的产率。如 EPA 方法 6020B 所述，在测试期间，还对包括质量校准和质量分辨率在内的其他参数也进行了检查。

标准品和样品制备

稀释剂和校准空白基质

稀释剂和校准空白基质都是 2% (v/v) 硝酸和 0.5% (v/v) 盐酸的混合物。

校正标准品

为了测试性能,如仪器检出限 (IDLs)、线性范围和相关系数,生成了 24 种分析物(包括 7 种校准标准品和 1 种校准空白)的校准曲线。使用每种目标分析物的单元元素水溶液(1000 mg·L⁻¹, SPEX CertiPrep™, 美国新泽西州麦塔成),制备多元标准品。考虑到不同的分析物的浓度和化学相容性,制备了三种不同的储备溶液。然后使用 2% (v/v) 硝酸作为稀释剂,按重量稀释储备溶液,得到表 2 规定的浓度。在整个分析过程中,在线连续添加含有 1000 µg·L⁻¹ Li、200 µg·L⁻¹ Sc 和 20 µg·L⁻¹ Y、Rh、In、Tb、Ho 和 Bi 的内标溶液。32 种分析物(包括内标物)均采用动能歧视 (KED) 模式进行测量,以纯氦气作为碰撞池气体。

质控标准品 (ICB、CCB、ICV 和 CCV)

在分析序列中,配置初始校准空白 (ICB) 和连续校准空白 (CCB) 的 QC 验证采用含有 2% (v/v) 硝酸和 0.5% (v/v) 盐酸混合溶液。根据 EPA 方法 6020B,制备另外两个 QC 样品,即初始校准验证 (ICV) 和连续校准验证 (CCV)。采用独立的储备溶液来制备用于 ICV 的溶液,而用于 CCV 的溶液则采用与制备初始校准溶液相同的储备溶液制备而成。ICV 和 CCV QC 标准溶液中所有分析物的浓度均按照 EPA 方法 6020B 规定的要求进行准备。表 2 汇总了不同校准溶液以及 ICV 和 CCV QC 标准溶液中的分析物及其浓度(以 µg·L⁻¹ 为单位)。

结果与讨论

线性、仪器检出限、LLOQ 和线性范围

所有分析物的仪器检出限 (IDL) 均按照 EPA 方法 6020B 第 9.3 节中提供的指南进行计算。校准空白进行十次分析,每次都将其作为单独样品。随后,基于十个重复测量值的三倍标准偏差,计算出 IDL。除了 Na、Mg、Al、K、Ca 和 Zn 等典型的主要分析物(它们是实验用试剂中常见的痕量污染物)以外,大多数分析物都达到了极佳的检出限。所有分析物的相关系数 (R²) 均大于 0.9995,这表明每种分析物的确定浓度范围都有极佳的线性响应。表 3 汇总了已测量的分析物及其质荷比 (m/z)、线性相关系数 (R²) 和 IDL。

校准溶液组中的最低浓度标准品用于检测所有分析物的定量下限(LLOQ)。通过分析按规定浓度加标的七个重复样品,确定每种分析物的 LLOQ 值。确认七个重复样品的平均回收率和 RSD 分别为 65–135% 和小于 20%。如 EPA 方法 6020B 第 9.6 节所述,通过分析浓度高于最高校准点的标准溶液,评估所有分析物的线性范围。根据先前确定的校准范围(表 2),测定每种分析物的浓度。这些标准中所有分析物的浓度回读值都在真值的 ±10% 以内,这表明线性范围最多可以扩展到每种分析物的规定浓度。已确定的较宽线性范围提供了在高于校准范围的浓度下测量分析物的灵活性,无需进一步稀释后重复测试这些样品,因此大大提高了分析实验室的生产效率。表 4 汇总了获得的目标分析物 LLOQ 浓度和线性范围。

表 2. 校准标准品、ICV 和 CCV QC 标准品中的目标分析物和浓度表 (µg·L⁻¹)

分析物	标准品 1	标准品 2	标准品 3	标准品 4	标准品 5	标准品 6	标准品 7	标准品 8	ICV-QC	CCV-QC
Ag	0	0.1	1	5	10	50	100	500	7.5	10
Be、Ba、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、As、Se、Mo、Cd、Sb、Ti、Pb、Ti	0	1	10	50	100	500	1000	5000	75	100
Na、Mg、K、Ca、Fe、Al	0	25	250	1250	2500	12500	25000	125000	1875	2500
Hg	0	0.1	0.5	1	5	-	-	-	0.4	0.5

表 3. 分析物、m/z、相关系数和仪器检出限 (IDL) 列表

分析物	m/z	R ²	IDL (µg·L ⁻¹)
Ag	107	0.9997	0.032
Al	27	>0.9999	1.63
As	75	>0.9999	0.61
Ba	137	>0.9999	0.055
Be	9	>0.9999	0.001
Ca	44	0.9998	8.12
Cd	111	>0.9999	0.017
Co	59	0.9999	0.004
Cr	52	0.9999	0.056
Cu	63	>0.9999	0.63
Fe	54	>0.9999	0.5866
Hg	202	0.9994	0.06
K	39	0.9998	10.01

表 4. 分析物及其确定 LLOQ 浓度和线性范围列表

分析物/干扰物	LLOQ (µg·L ⁻¹)	线性范围 (mg·L ⁻¹)
Ag	0.1	2
Be、Ba、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、As、Se、Mo、Cd、Sb、Ti、Pb、Ti	1	20
Na、Mg、K、Ca、Fe、Al	25	1000

干扰检查样品溶液 (ICSA 和 ICSAB)

为了确保无干扰分析测量，评估已开发分析方法的准确度，制备了 ICSA 和 ICSAB 两种常用的溶液，并在每个分析日中对这两种溶液进行测试。本研究选用的 ICSA 和 ICSAB 溶液的浓度与 EPA 合同实验室计划 (CLP) 要求一致。ICSA 溶液中含有指示浓度的所有干扰物，而 ICSAB 溶液中同时含有分析物和干扰物。表 5 为 ICSA 和 ICSAB 溶液中分析物和干扰物及其浓度的完整列表。

分析物	m/z	R ²	IDL (µg·L ⁻¹)
Mg	24	>0.9999	1.947
Mn	55	0.9999	0.18
Mo	95	>0.9999	0.066
Na	23	0.9996	5.58
Ni	61	0.9999	0.043
Pb	208	>0.9999	0.008
Sb	121	>0.9999	0.103
Se	78	>0.9999	0.639
Ti	48	0.9999	0.097
Tl	205	>0.9999	0.016
V	51	0.9995	0.078
Zn	66	>0.9999	0.256

表 5. ICSA 和 ICSAB 溶液中的分析物和干扰物及其各自浓度 (所有结果以 µg·L⁻¹ 为单位)

分析物/干扰物	ICSA	ICSAB
Ag、As、Ba、Be、Cd、Co、Sb、Se、Tl、V	0	20
Cr	0	40
Cu、Ni、Pb	0	25
Mn、Zn	0	30
Al、Ca、Fe、Mg、K、Na、P、S	100000	100000
C	200000	200000
Cl	1000000	1000000
Mo、Ti	2000	2000

在 Qtegra ISDS 软件内，利用综合质量控制功能，自动计算所有分析物 (包括 ICSAB 溶液中的干扰物) 的回收率和 ICSA 溶液中干扰物的回收率。在三天连续测量期间，ICSA 和 ICSAB 溶液中所有分析物的回收率百分比 (% R) 值均在 90-110% 范围内，完全符合真值 ±20% (相当于 80-120%) 的验收标准。表 6 列出了第 1 天 ICSA 和 ICSAB 溶液中得到的分析物 (其中包括干扰物) 及其各自的回收率百分比。

表 6. 第 1 天 ICSA 和 ICSAB 溶液中所有分析物的回收率百分比 (%R)

分析物	回收率百分比		分析物	回收率百分比	
	ICSA	ICSAB		ICSA	ICSAB
Ag	不适用	108.6	Se	不适用	105.2
As	不适用	104.6	Tl	不适用	97.8
Ba	不适用	109.5	V	不适用	101.5
Be	不适用	94.6	Zn	不适用	102.1
Cd	不适用	98.7	Al	99.8	101.2
Co	不适用	104.1	Ca	98.8	99.7
Cr	不适用	103.1	Fe	99.2	100.3
Cu	不适用	105.6	Mg	100.1	101.4
Mn	不适用	99.7	K	98.5	99.6
Ni	不适用	105.8	Na	94.9	96.3
Pb	不适用	103.6	Mo	93.6	95.5
Sb	不适用	106.0	Ti	98.7	99.8

质量控制 (QC) 检查

EPA 方法 6020B 是一种基于性能的方法，该方法包括对一系列 QC 样品进行分析，该分析作为质量控制协议的一部分，确保运行序列中获取的分析数据的准确度、精确度、稳健性和可靠性。以下部分介绍了通过各分析运行序列必须进行分析的质控标准品和样品。

初始校准空白 (ICB)

初始校准完成后，立即分析含有 2% (v/v) 硝酸和 0.5% (v/v) 盐酸混合溶液的校准空白溶液，以监测分析物浓度，确保样品之间没有含量超过验收标准的残留污染。根据 EPA 方法 6020B 第 10.5.4 节中给出的验收标准，ICB 中的目标分析物浓度不得超过每种分析物的规定 LLOQ 浓度的一半。ICB 溶液中所有分析物的测定浓度符合该方法中所述的验收标准，这表明可以继续进行分析。

初始校准验证 (ICV)

根据 EPA 方法 6020B 第 7.24 节中提供的指南，使用独立储备溶液制备 ICV 标准品，以得到所有分析物的浓度，并在初始校准完成后对标准品进行分析，以确认校准的准确性。ICV 溶液中所有分析物的浓度均符合表 2 中给出的每种分析物真值的 90-110% 这一验收标准。图 1 显示了未知样品分析期间连续三天测量得到的 ICV 溶液中所有分析物的准确度结果。此外，还分析了低水平和中水平回读标准，以验证准确度。所有分析物的测量浓度分别在相应的 80-120% 和 90-110% 的可接受范围内。

连续三天测量后的 ICV 溶液中观察到的分析物准确度百分比

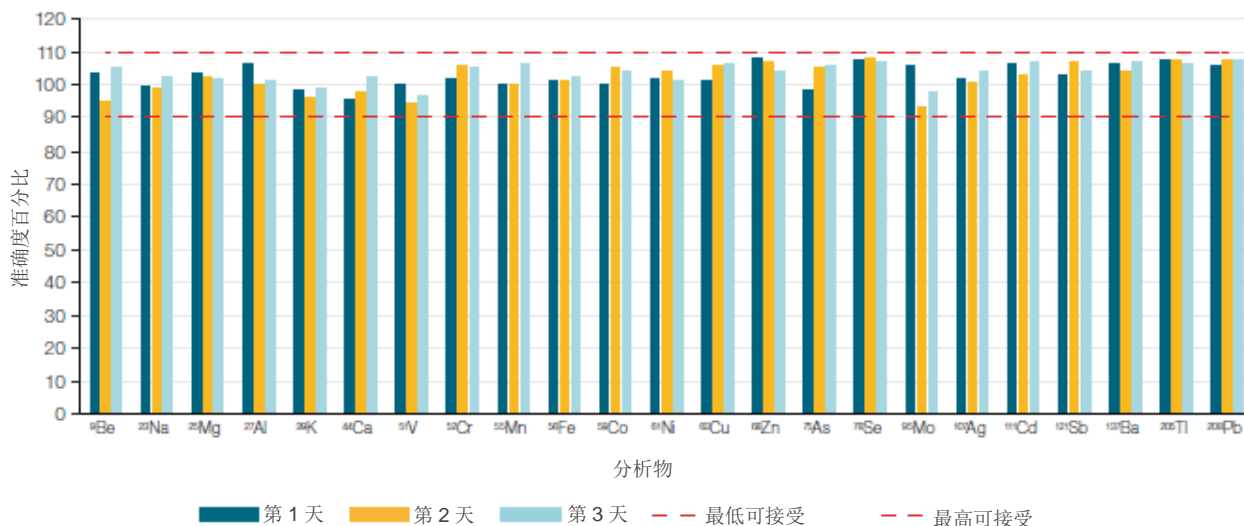


图 1. 连续三天分析后的 ICV 标准品的准确度百分比

连续校准空白 (CCB)

为了验证初始校准曲线的持续有效性，在连续三天分析的批次中，在每个分析批次结束时和每完成 10 个未知样品后都对校准空白进行一次分析。在三天内测量的多个 CCB 溶液中观察到的所有分析物的浓度均远低于已确定的每种分析物的 LLOQ，这反过来表明满足验收标准，可以保证所生成分析数据的质量。

连续校准验证 (CCV)

除了 CCB 检查外，每隔 10 个样品进行一次 CCV 标准品分析，以验证现有校准的有效性。CCV 溶液中所有分析物的浓度如表 2 所示。CCV 溶液中得到的所有分析物的浓度均符合每种分析物真值的 90-110% 这一验收标准。图 2 显示了未知样品测量期间连续三天得到的 CCV 溶液中分析物的准确度。

基质加标和重复测量

为了评估基质效应并确保分析测量的准确度和精确度，对代表性废水样品进行了两次分析，以调查偏差并评估测量的精确度。研究用样品中含有一些含量高于 LLOQ 的分析物（特别是钠、钙、铁这三种常量元素），而大多数分析物的浓度水平低于 LLOQ。对于高于 LLOQ 水平的分析物，未进行加标回收率研究，而是基于已经求得的原始样品值来计算相对差异百分比。对于其他分析物，按照表 7 所示的浓度水平进行样品加标。然后重复测量加标样品，计算回收率和相对差异百分比 (RPD)。本次实验中获得的数据表明，实验结果成功满足了 EPA 方法 6020B 中提到的回收率百分比和相对差异百分比 (RPD)，他们的验收标准分别为 $\pm 25\%$ 和 $>20\%$ 。利用 Qtegra ISDS 软件中提供的 QC 功能（MXS（基质加标）和 DUP（重复）），可自动计算基质加标和重复样本测量期间获得的准确度百分比值。

表 7 汇总了所有分析物的加标和未加标样品中的测定浓度、加标浓度、相对差异百分比 (RPD) 和根据重复样品测量值计算出的平均回收率。

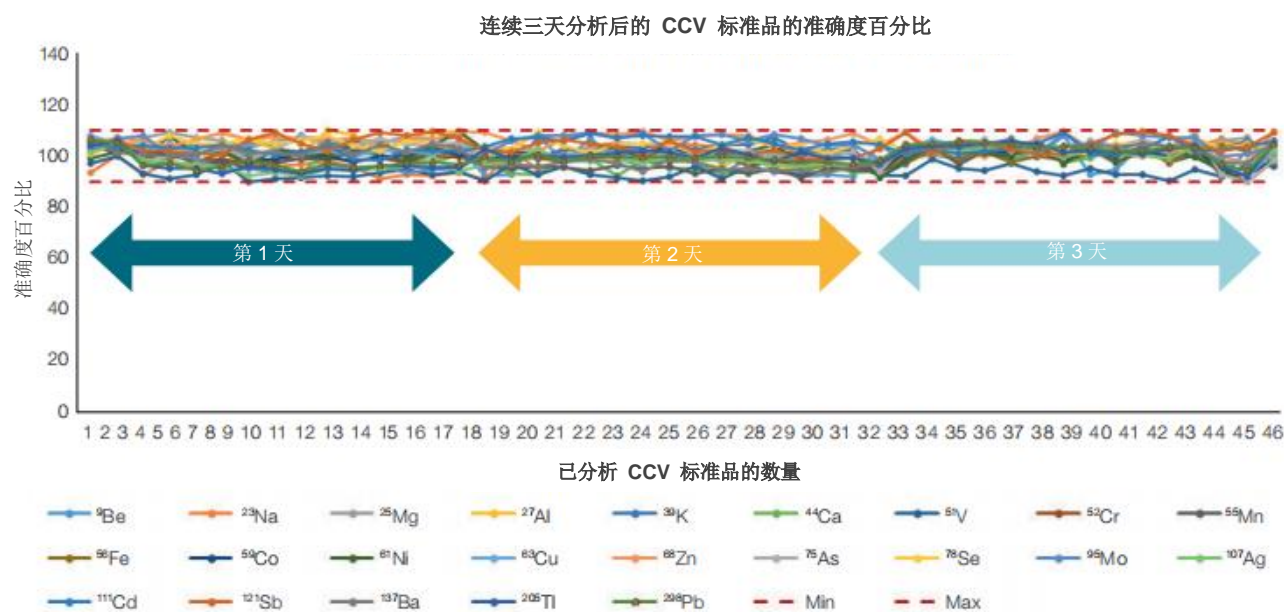


图 2. 连续三天分析后的 CCV 标准品的准确度百分比

表 7. 分析物、未加标和加标样品中测定的分析物浓度、加标浓度、相对差异百分比 (RPD) 和平均回收率百分比

分析物	测定浓度 (mg·L ⁻¹)		加标浓度 (mg·L ⁻¹)	测定浓度 (mg·L ⁻¹)		% RPD	平均回收率 百分比
	样品 1 (未加标)	样品 2 (未加标)		样品 1 (加标)	样品 2 (加标)		
Ag	<0.0001	<0.0001	0.02	0.021	0.021	2.4	103
Al	<0.025	<0.025	10	10.1	9.4	7.2	97
As	<0.001	<0.001	0.2	0.179	0.181	1.1	90
Ba	<0.001	<0.001	0.2	0.185	0.185	0.0	92
Be	<0.001	<0.001	0.2	0.221	0.196	12.0	104
Ca	455.2	451.6	不适用	不适用	不适用	0.9	不适用
Cd	<0.001	<0.001	0.2	0.174	0.171	1.7	86
Co	<0.001	<0.001	0.2	0.177	0.177	0.0	88
Cr	<0.001	<0.001	0.2	0.179	0.176	1.7	88
Cu	<0.001	<0.001	0.2	0.183	0.177	3.3	90
Fe	38.8	39.6	10	47.3	47.1	0.4	80
Hg	<0.0001	<0.0001	0.5	0.473	0.513	8.1	99
K	86.1	85.2	10	95.2	94.4	0.8	92
Mg	90.2	93.1	不适用	不适用	不适用	3.1	不适用
Mn	<0.001	<0.001	0.2	0.185	0.182	1.6	91
Mo	<0.001	<0.001	0.2	0.198	0.2	1.0	99
Na	175	169	不适用	不适用	不适用	3.7	不适用
Ni	<0.001	<0.001	0.2	0.184	0.183	0.5	91
Pb	<0.001	<0.001	0.2	0.176	0.177	0.6	88
Sb	<0.001	<0.001	0.2	0.192	0.188	2.1	95
Se	<0.001	<0.001	0.2	0.178	0.184	3.3	90
Tl	<0.001	<0.001	0.2	0.171	0.17	0.6	85
V	<0.001	<0.001	0.2	0.176	0.178	1.1	88
Zn	<0.001	<0.001	0.2	0.171	0.167	2.4	84

方法稳健性—确保无需维护或停机情况下，连续几天都能进行可靠分析

对含有高总溶解固体 (TDS) 的样品进行分析会对 ICP-MS 产生不利影响，例如锥口上的样品基质沉积、信号随时间漂移、内标响应抑制、QC 故障以及需要更频繁的仪器维护。所有这些挑战最终可能都意味着增加停机时间，部分样品可能需要重新分析，这两种情况都会对分析实验室的生产效率产生负面影响。

大量分析所需的仪器稳健性的主要指标是分析运行过程中内标响应的一致性和最小抑制。在本研究中，使用 Y 型内标加入器，在线持续添加含有 Li、Sc、Y、Rh、In、Tb、Ho 和 Bi 的内标液，并监测相对于初始校准第一空白的内标响应。图 3 显示了一个分析批次中监测到的所有内标响应，其中涉及对一系列模拟水和废水样品进行持续 10 小时的测量。这些模拟样品代表了典型样品基质的组成，如地表水、地下水和微咸水。图 4 突出显示了基于 TDS 含量百分比的样品分布。

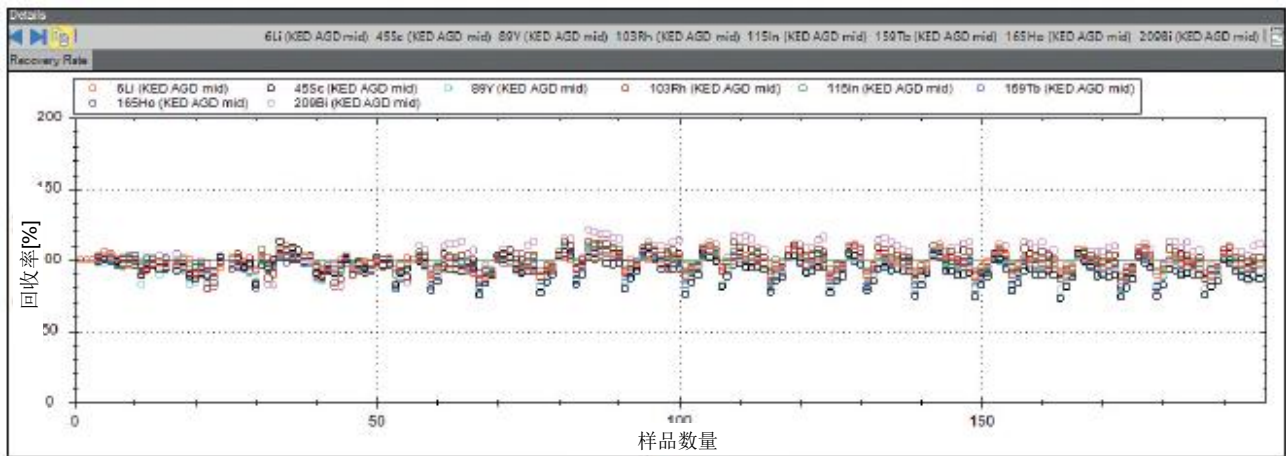


图 3. 连续测量 10 小时后获得的内标响应

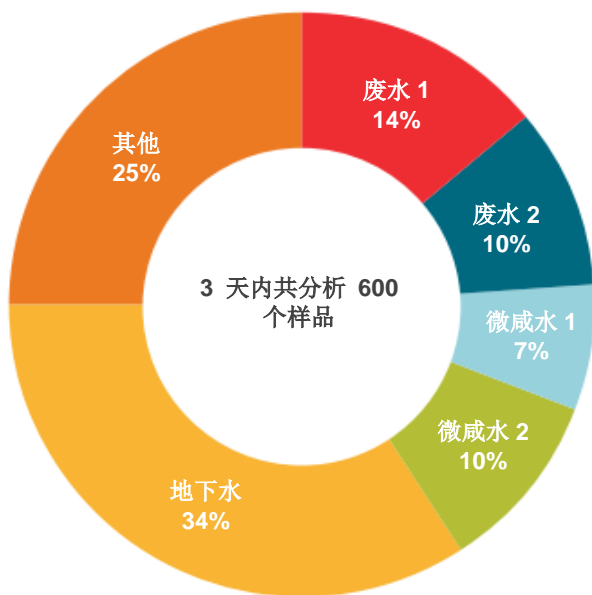


图 4. 基于 TDS 含量百分比，三天内分析的所有样品的分布情况

图 3 显示了直接从 Qtegra ISDS 软件获取的屏幕截图，作为连续测量三天中第二天观察到的内标响应的代表性示例。另外两天也观察到了类似的表现。可以看出，所有内标的回收率介于 75-125% 之间，位于 EPA 方法 6020B 中规定的 $\pm 30\%$ 可接受范围内。值得注意的是，内标最大抑制 (21%) 只在具有 1.6% (m/v) 总溶解固体 (TDS) 的高基质样品中观察到，该数值仍在法规验收标准范围内。

准备每天需要分析的未知样品，以模拟地下水、地表水和废水样品的典型组成，这些样品含有不同浓度的观察到的典型元素，如 Na、Mg、K、Ca、Fe 和不同的阴离子。使用市售 $10000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 标准溶液和这些元素的无机盐，制备模拟样品。根据各证书提供的可用信息，计算阴离子浓度。表 8 汇总了本研究中分析的各种样品的组成和 TDS 含量。图 4 提供了本研究中连续分析三天的样品分布概况（基于其 TDS 含量百分比）。

表 8. 本研究中分析的各种样品的组成和 TDS 含量百分比

样品名称	浓度 ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)							% TDS
	Na	Mg	K	Ca	Fe	其他过渡金属	阴离子	
废水 1	2000	2000	2000	2000	1000	1000	6000	1.6
废水 2	1000	1000	1000	1000	500	500	3000	0.8
微咸水 1	5000	500	100	100	0	0	9000	1.47
微咸水 2	2500	250	50	50	0	0	4500	0.735
地下水	200	200	200	200	200	0	1500	0.25
其他	空白、标准品和 QC 样品							不适用

数据获取、结果分析和报告

数据获取、结果分析、各种 QC 计算和报告均使用 Qtegra ISDS 软件进行，该软件还可控制 iCAP RQplus ICP-MS 的整体运行。Qtegra ISDS 软件的直观化分步指导工作流程，使用户能够根据所需的 QC 标准设置分析运行序列，以生成所需可报告格式的分析数据。

Qtegra ISDS 软件具有专门设计的内置 QC 检查功能，旨在满足 EPA 方法的要求。

在 QC 设置页面中，可选择多种 QC 类型（ICV、CCV、ICSA、ICSAB 等），用户可以根据需要进行 QC 测试的自定义。如果软件中的结果超出了允许范围，则会对结果进行可视化标记，简化验证过程。自动计算 QC 标准品或加标样品的加标回收率，并能计算出重复样品 (DUP) 和基质加标 (MXS) 样品的回收率百分比。可以设置各种用户可选择的自动化操作，确保无人值守运行期间也能实现完全合规的分析。

Label	Survey Runs	Max Runs	Comment	Evaluate	Sample Type	Standard	Dilution Factor	Amount	Final Quantity	QC Action	QC Result	QC Reference
Blank	0	3	Comment	☑	BLK		1			None		
STD 1	0	3	Comment	☑	STD	STD 1	1			None		
STD 2	0	3	Comment	☑	STD	STD 2	1			None		
STD 3	0	3	Comment	☑	STD	STD 3	1			None		
STD 4	0	3	Comment	☑	STD	STD 4	1			None		
STD 5	0	3	Comment	☑	STD	STD 5	1			None		
STD 6	0	3	Comment	☑	STD	STD 6	1			None		
STD 7	0	3	Comment	☑	STD	STD 7	1			None		
STD 8	0	3	Comment	☑	STD	STD 8	1			None		
ICB	0	3	Comment	☑	QC			0.01		ICB	QC Next	
ICV	0	3	Comment	☑	QC	ICV STD	1			ICV	QC Next	
ICSA	0	3	Comment	☑	QC	ICSA	1			ICSA	QC Next	
ICSAB	0	3	Comment	☑	QC	ICSAB	1			ICSAB	QC Next	
FW 1	0	3	Comment	☑	UNKNOWN		1			None		Fail
FW 2	0	3	Comment	☑	QC		1			DUP	QC Next	Fail
FW spike 1	0	3	Comment	☑	QC	Matrix spike	1			MXS	QC Next	Fail
FW spike 2	0	3	Comment	☑	QC	Matrix spike	1			MXS	QC Next	Fail
Groundwater 1	0	3	Comment	☑	UNKNOWN		1			None		
Groundwater 2	0	3	Comment	☑	UNKNOWN		1			None		
Groundwater 3	0	3	Comment	☑	UNKNOWN		1			None		
Groundwater 4	0	3	Comment	☑	UNKNOWN		1			None		
CCB	0	3	Comment	☑	QC		1			CCB	QC Next	
CCV	0	3	Comment	☑	QC	CCV STD	1			CCV	QC Next	

图 5. Qtegra LabBook 中设置的典型样品序列，用于自动计算各种 QC 样品，包括初始空白和校准验证、DUP-QC 和干扰检查解决方案

Concentrations												
No.	Date/Time	Sample Type	Label	Zn (KED AGD)	Zn (MED AGD)	Zn (RED AGD)	Zn (KED AGD)	44Ca (KED AGD)	48Ti (KED AGD)			
1	9/8/2022 1:19:09 PM	BLK		9.764	0.502	1.068	-1.838	6.425	0.032			
2	9/8/2022 1:29:47 PM	STD										
10	9/8/2022 1:58:09 PM	QC - ICB	ICB	0.212	0.230	0.210	0.144	0.261	0.010			
11	9/8/2022 2:01:42 PM	QC - ICV	ICV	2,246.870 (99.9%)	2,324.840 (103.3%)	2,282.063 (101.4%)	2,184.228 (97.1%)	2,231.588 (99.2%)	98.671 (110.7%)			
12	9/8/2022 2:22:58 PM	QC - ICSA	ICSA	98,817.848 (98.8%)	92,749.325 (92.7%)	93,728.818 (93.7%)	96,840.298 (96.8%)	98,066.068 (98.1%)	1,982.977 (99.1%)			
13	9/8/2022 2:36:39 PM	QC - ICSAB	ICSAB	97,980.474 (98.0%)	89,850.051 (90.9%)	90,931.785 (90.9%)	101,307.285 (101.3%)	100,031.068 (100.0%)	1,958.048 (97.9%)			

图 6. Qtegra LabBook 中自动计算的浓度数据和 QC 结果

结论

依据 EPA 方法 6020B 合规性要求，对 iCAP RQplus ICP-MS 进行了广泛的测试。经过连续三天测量，获得的分析数据的质量证明，对分析大量高基质样品（如高通量条件下的土壤消解液或废水）的实验室来说，用于样品气溶胶自动稀释的内置氦气稀释系统，是一种强大的解决方案。该仪器的总体性能表明，可以对这些类型的样品进行可靠分析，而无需任何维护，并且在三天或更长时间的分析工作中，仪器不会停机。以下总结了本研究的一些重要成果：

- 在三天测试期间，共对 600 个样品进行了分析。数据完全满足 EPA 方法 6020B 的所有要求。
- 所达到的仪器检出限 (IDL) 和定量下限 (LLOQ) 满足并超过了方法中给定的要求，这表明所采用的方法及其优化氦气样品稀释比例适合实现这些类型样品所需的稳健性和仪器灵敏度。
- 针对每种分析物，确定了更宽的线性范围（特别是 Na、K、Ca、Mg、Al 和 Fe 等常量元素，线性范围高达 1000 mg·L⁻¹），为分析样品提供了很强的灵活性，无需进一步稀释，提高了分析实验室的生产效率。
- 在 ICB 和 CCB 空白质控样品分析过程中，观察结果表明，所提出的方法能够确保样品之间存在最少量的交叉污染，以便在整个校准浓度范围内，对大量样品进行无故障测量。
- 连续三天获得的 ICV 和 CCV 标准溶液的准确度确保了仪器性能的可靠性和一致性，同时分析了具有挑战性的高 TDS 含量样品，如废水和固体废物消解液。
- 在干扰检查溶液 (ICSA 和 ICSAB) 分析期间获得的分析数据，突出了为消除每个分析物上的潜在多原子干扰方面使用氦气作为碰撞气体的单一 KED 模式的有效性，从而保证每一次都能实现无干扰分析。
- 基质加标和重复测量分析期间获得的数据证明，在分析废水等复杂基质时，基质效应最小，或未出现基质效应。
- 在连续三天分析中观察到的内标表现，突出了仪器性能的稳健性和一致性。连续内标回收率在 75-125% 范围内，表明所开发的方法是一种可靠的解决方案，可用于有效处理高 TDS 含量样品，而不会受到基质含量的影响。
- Qtegra ISDS 软件提供了所有必要的工具，包括不同的 QC 功能、自动计算、限值和标记功能，确保按照 EPA 方法 6020B 的合规要求进行分析。

参考文献

1. EPA Method 6020B.
<https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/6020b.pdf>

欲了解更多信息，请访问 thermofisher.com/ICP-MS

仅供研究使用。不可用于诊断程序。© 2022 赛默飞世尔科技公司保留所有权利。MicroMist 是 Glass Expansion Inc. 的商标。SPEX CertiPrep 是 SPEX CertiPrep Group LLC 的商标。所有其他商标均为 Thermo Fisher Scientific 及其子公司所有。此信息为展示赛默飞世尔科技产品功能的一个示例。并非旨在鼓励以任何可能侵犯他人知识产权的方式使用这些产品。规格、条款和价格可能有所变化。并非所有产品在所有国家均有销售。详情请咨询当地销售代表。
AN001592-ZH 1222C