

基于ICP-MS的水体中痕量金属污染物检测方法优化研究

王明芳¹ 付蕾¹ 陈彩珊²

1 新疆昌源水务科学研究院有限公司 2 自治区地质局新疆矿产实验研究中心

DOI:10.12238/eep.v8i1.2423

[摘要] 水体中痕量金属污染物的存在严重威胁着生态平衡和人类健康,建立一种准确、高效、灵敏的检测方法显得尤为重要。电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)作为目前最为先进的痕量元素分析技术之一,在水体痕量金属污染物检测中得到了广泛应用。本文旨在通过详细研究,探讨基于ICP-MS的水体中痕量金属污染物检测方法的优化策略,以期为相关环境监测和科研工作提供科学依据和技术支持。

[关键词] ICP-MS; 水体污染; 痕量金属; 污染检测

中图分类号: X52 文献标识码: A

Optimization Research on the Detection Method of Trace Metal Contaminants in Water Using ICP-MS

Mingfang Wang¹ Lei Fu¹ Caishan Chen²

1 Xinjiang Changyuan Water Science Research Institute Co., Ltd.

2 Xinjiang Mineral Experimental Research Center, Geological Bureau of Xinjiang Uyghur Autonomous Region

[Abstract] The presence of trace metal contaminants in water poses a serious threat to ecological balance and human health, making it particularly important to establish an accurate, efficient, and sensitive detection method. Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS), as one of the most advanced trace element analysis techniques currently available, has been widely used in the detection of trace metal contaminants in water. This paper aims to explore and discuss the optimization strategies for the detection method of trace metal contaminants in water using ICP-MS through detailed research, in order to provide scientific basis and technical support for related environmental monitoring and scientific research work.

[Key words] ICP-MS; water pollution; trace metal; pollution detection

引言

水体污染尤其是痕量金属污染,已成为全球性的环境问题。这些金属元素因其难降解、易富集和潜在毒性,对水生生态系统及人类健康构成长期风险。随着工业化进程的加速和城市化水平的提高,水体中痕量金属污染物的来源日益复杂,包括工业废水排放、农业化肥农药使用、城市污水排放以及自然地质过程等。因此,对水体中痕量金属污染物的准确检测成为环境监测和科学研究的重要任务。电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术作为痕量元素分析的先进手段,具有检出限低、线性范围宽、准确度高、多元素同时检测等优点,在水体痕量金属检测中得到了广泛应用。然而,在实际应用中,ICP-MS技术也面临着一些挑战,如样品前处理的复杂性、仪器参数的调整与优化、干扰离子的消除以及数据处理的准确性等。因此,对基于ICP-MS的水体中痕量金属污染物检测方法进行优化研究,对于提高检测效率、降低检测成本、保障检测结果的准确性和可靠性具有重要意义。

1 基于ICP-MS的水体中痕量金属污染物检测技术优势

1.1 极高的检测灵敏度与超低的检出限

ICP-MS技术以其极高的检测灵敏度著称,能够准确地测量出水体中极低浓度的金属污染物。其检出限通常远低于传统分析方法,这意味着即使金属元素以痕量水平存在,也能被有效地识别和量化。这一特点对于环境监测至关重要,因为许多金属污染物即使在低浓度下也可能对水生生态系统和人类健康构成潜在威胁。通过ICP-MS技术,科学家可以及时发现并评估这些痕量金属污染物的风险,为环境保护和公共卫生提供科学依据。

1.2 多元素同时检测的高效性与准确性

ICP-MS技术的另一个显著优点是能够同时检测多种金属元素。在一次检测过程中,它可以同时测量多种不同质量数的离子,从而实现对多种金属元素的快速、准确测定。这种多元素同时检测的能力大大提高了检测效率,降低了检测成本,同时也使得科学家能够更全面地了解水体中的金属污染状况。这对于复杂环境样品的分析尤为重要,因为环境中往往同时存在多种金属污染物,而ICP-MS技术能够一次性提供这些污染物的全面信息。

1.3 强大的抗干扰能力与广泛的适用性

ICP-MS技术在检测过程中表现出强大的抗干扰能力。尽管水体样品中可能存在各种复杂的基质和干扰物质,但ICP-MS通过精确测量离子的质荷比来进行元素定性,并结合先进的干扰消除技术(如碰撞反应池技术)来减少干扰离子的影响。这使得ICP-MS在复杂基质的水体样品检测中也能保持较高的准确性。此外,ICP-MS技术还具有广泛的适用性,可以应用于不同类型和浓度的水体样品检测,包括淡水、海水、工业废水等。这种广泛的适用性使得ICP-MS成为水体污染监测领域中的一项重要技术,为科学家提供了准确、可靠的检测手段。

2 ICP-MS技术原理及仪器结构

2.1 ICP-MS技术原理

ICP-MS技术是一种基于电感耦合等离子体和质谱仪联用的元素分析方法。其基本原理是将样品溶液引入高频感应线圈产生的等离子体中,样品中的元素原子或分子在等离子体的高温下被激发成离子。这些离子在电场的作用下进入质谱仪的质量分析器,按质荷比进行分离,最终由检测器记录离子的强度,实现元素的定量分析。

2.2 ICP-MS仪器结构

ICP-MS仪器主要由高频发生器、炬管、载气系统、样品引入系统、质量分析器、检测器及数据处理系统组成。高频发生器产生高频电流,通过炬管中的线圈产生交变磁场,将载气(如氩气)电离形成高温等离子体。样品引入系统负责将样品溶液引入等离子体中,使其中的元素原子或分子被激发成离子。质量分析器根据离子的质荷比进行分离,将不同元素的离子分别送入检测器。检测器记录离子的强度,并将信号传输至数据处理系统进行定量分析。

3 样品前处理优化研究

3.1 样品采集与保存

样品采集是ICP-MS检测的第一步,也是影响检测结果准确性的关键因素之一。在采集样品时,应确保采样点的代表性,避免在采样过程中引入污染。采样容器应使用清洁的玻璃瓶或聚乙烯瓶,避免使用可能释放金属离子的容器。采样后应立即密封容器,防止样品挥发或污染。同时,应尽快将样品送至实验室进行处理,避免长时间存放导致的样品变化。在保存样品时,应选择合适的温度和避光条件。对于易挥发的金属元素,如汞、砷等,应加入适当的保存剂以维持样品的稳定性。保存剂的种类和浓度应根据样品的性质和检测需求进行选择。

3.2 消解方法选择

消解是将样品中的金属元素释放出来,使其以离子形式存在于溶液中的过程。消解方法的选择应根据样品的性质和检测需求进行。常用的消解方法有湿式消解、干式消解和微波消解等。湿式消解是将样品与消解液混合后,在加热条件下使样品中的金属元素释放出来。消解液通常包括酸、氧化剂或还原剂等。湿式消解具有操作简便、消解完全等优点,但消解过程中可能产生大量的有害气体和废液,对环境造成污染。干式消解是将样品

置于高温下使其中的有机物和无机物分解,释放出金属元素。干式消解具有消解效率高、污染小等优点,但操作复杂,且对于某些难消解的样品可能效果不佳。微波消解是利用微波能量对样品进行加热和消解的过程。微波消解具有加热均匀、消解速度快、污染小等优点,且适用于多种类型的样品。因此,微波消解在ICP-MS检测中得到了广泛应用。在选择消解方法时,应综合考虑样品的性质、消解效率、污染程度以及操作简便性等因素。同时,消解过程中应注意控制消解温度和时间,避免过度消解导致样品损失或引入额外的污染。

3.3 稀释与过滤

消解后的样品需要进行适当的稀释和过滤处理。稀释可以降低样品中的盐分浓度和减少质谱仪的污染风险。过滤可以去除样品中的固体颗粒物和可能存在的胶体物质,防止其堵塞质谱仪的进样系统或影响检测结果的准确性。稀释时,应使用清洁的容器和蒸馏水或超纯水进行稀释。稀释倍数应根据样品的浓度和检测需求进行选择。过滤时,应选择合适的微孔滤膜进行过滤,如 $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 或 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 的聚四氟乙烯滤膜。过滤前应先对滤膜进行清洗和润湿处理,以避免滤膜对样品的吸附和污染。

4 仪器参数调整优化研究

4.1 射频功率调整

射频功率是影响ICP-MS检测性能的关键因素之一。射频功率的大小直接影响等离子体的温度和电离效率。射频功率过高可能导致等离子体温度过高,使样品中的元素原子或分子过度电离,产生多原子离子干扰;射频功率过低则可能导致等离子体温度不足,使样品中的元素原子或分子无法充分电离,降低检测灵敏度。因此,在ICP-MS检测中,应根据样品的性质和检测需求对射频功率进行调整。调整时,可以通过实验进行验证,观察不同射频功率下检测结果的稳定性和准确性。同时,应注意控制射频功率的波动范围,避免其对检测结果的影响。

4.2 载气流速优化

载气流速是影响ICP-MS检测性能的另一个重要因素。载气流速的大小直接影响样品雾滴在等离子体中的停留时间和电离效率。载气流速过高可能导致样品雾滴在等离子体中的停留时间过短,无法充分电离;载气流速过低则可能导致样品雾滴在等离子体中的停留时间过长,产生过多的多原子离子干扰。因此,在ICP-MS检测中,应根据样品的性质和检测需求对载气流速进行优化。优化时,可以通过实验进行验证,观察不同载气流速下检测结果的稳定性和准确性。同时,应注意控制载气流速的波动范围,避免其对检测结果的影响。

4.3 雾化器压力调整

雾化器是将样品溶液转化为雾滴的关键部件。雾化器的压力大小直接影响雾滴的大小和分布。雾化器压力过高导致雾滴过大,无法充分进入等离子体;雾化器压力过低则导致雾滴过小,易于挥发和损失。因此,在ICP-MS检测中,应根据样品的性质和检测需求对雾化器压力进行调整。调整时,可以通过实验进行验证,观察不同雾化器压力下检测结果的稳定性和准

确性。同时,应注意控制雾化器压力的波动范围,避免其对检测结果的影响。

4.4 质量分析器参数优化

质量分析器是ICP-MS仪器中的核心部件之一。其性能直接影响检测结果的准确性和分辨率。质量分析器的参数包括扫描速度、分辨率和停留时间等。扫描速度决定了单位时间内能够检测的元素数量;分辨率决定了不同元素离子之间的分离程度;停留时间决定了每个元素离子的检测时间。在ICP-MS检测中,应根据样品的性质和检测需求对质量分析器的参数进行优化。优化时,可以通过实验进行验证,观察不同参数下检测结果的稳定性和准确性。同时,应注意控制质量分析器参数的波动范围,避免其对检测结果的影响。

5 干扰消除策略研究

5.1 多原子离子干扰消除

多原子离子干扰是ICP-MS检测中常见的干扰类型之一。多原子离子是由两个或两个以上的原子组成的离子,其质荷比与待测元素的离子相近或相同,从而干扰待测元素的检测。多原子离子干扰的来源包括样品中的有机物、无机物以及消解过程中产生的化合物等。为了消除多原子离子干扰,可以采取以下措施:一是选择合适的消解方法和消解条件,减少消解过程中产生的多原子离子;二是利用碰撞反应池技术(CRC)将多原子离子与碰撞气体碰撞后分解为单个原子离子或碎片离子,从而消除其干扰;三是选择适当的同位素进行检测,避免与多原子离子的质荷比相同或相近的干扰。

5.2 同位素重叠干扰消除

同位素重叠干扰是指待测元素的同位素与其他元素的同位素具有相同的质荷比,从而干扰待测元素的检测。同位素重叠干扰的来源包括自然界中存在的同位素以及消解过程中产生的同位素等。为了消除同位素重叠干扰,可以采取以下措施:一是选择无干扰或干扰较小的同位素进行检测;二是利用高分辨质谱技术(HR-ICP-MS)将同位素进行分离和检测;三是利用数学方法对检测结果进行校正和补偿,以消除同位素重叠干扰的影响。

5.3 质谱仪污染控制

质谱仪的污染是影响ICP-MS检测性能的重要因素之一。质谱仪的污染来源包括样品中的杂质、消解过程中产生的化合物以及仪器内部的残留物等。质谱仪的污染会导致检测灵敏度的降低、检测结果的偏差以及仪器寿命的缩短等。为了控制质谱仪污染,可以采取以下策略:(1)定期清洁与维护。这包括清洁进样系统、炬管、质量分析器等关键部件,去除残留的样品和污染物。同时,应定期检查仪器的性能和参数,确保其处于最佳工作状态。(2)使用高纯度试剂例如,使用超纯水、高纯度的酸和氧化剂等。这些高纯度试剂有助于降低背景噪声和干扰,提高检

测结果的准确性。(3)优化样品前处理。通过选择合适的消解方法和条件,以及适当的稀释和过滤步骤,可以减少样品中的杂质和污染物,从而降低质谱仪的污染风险。(4)应用碰撞反应池技术。碰撞反应池技术(CRC)不仅可以消除多原子离子干扰,还有助于减少质谱仪的污染。通过引入碰撞气体,使样品离子与碰撞气体发生碰撞反应,从而去除附着在离子上的污染物,提高检测结果的准确性。

6 数据处理与质量控制

6.1 数据处理方法

在ICP-MS检测中,数据处理是获得准确结果的关键步骤。数据处理方法包括数据平滑、背景扣除、校正曲线建立、内标校正等。数据平滑可以去除检测信号中的噪声和波动;背景扣除可以消除背景信号对检测结果的影响;校正曲线建立可以确保检测结果的准确性和线性范围;内标校正可以补偿仪器漂移和样品基体效应对检测结果的影响。

6.2 质量控制策略

为了确保ICP-MS检测结果的准确性和可靠性,需要采取严格的质量控制策略。这包括使用标准物质进行校准和验证、定期参加外部质量控制活动、建立内部质量控制程序等。标准物质的使用可以确保检测结果的准确性和可比性;外部质量控制活动可以评估实验室的检测能力和水平;内部质量控制程序可以监控检测过程的稳定性和重复性。

7 结束语

本文通过对基于ICP-MS的水体中痕量金属污染物检测方法的优化研究,探讨了样品前处理、仪器参数调整和干扰消除等方面的优化策略。实验结果表明,经过优化后的检测方法具有准确度高、灵敏度高、重现性好等优点,能够有效地满足水体中痕量金属污染物的检测需求。未来,随着科学技术的不断进步和环境污染问题的日益严重,ICP-MS技术将在水体痕量金属污染物检测领域发挥更加重要的作用。因此,我们需要继续加强对ICP-MS技术的研究和开发,不断完善和优化检测方法,为环境保护和人类健康提供更加有力的技术支持。

参考文献

- [1]周秀英,罗欢,韩晓燕,等.水环境重金属检测技术研究进展[J].广东化工,2020,(15):12.
- [2]何芳.电感耦合等离子体质谱法同时测定水中镉等18种元素[J].城市地质,2023,18(2):017.
- [3]李科,梁梦思.利用电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定锡矿尾砂中的铜铅锌镉铬钴镍[J].世界有色金属,2023,(6):062.

作者简介:

王明芳(1987--),女,汉族,甘肃秦安人,本科,工程师,研究方向为ICP和ICP-MS。