

# ICP-MS 在化工产品重金属元素检测中的应用

田治鹏 宫佳鑫

东营市工业产品检验与计量检定中心

DOI:10.12238/etd.v5i6.10925

**[摘要]** 随着化工产业的快速发展和环境保护要求的不断提高,重金属元素含量的精确测定已成为化工产品质量控制的重要环节。电感耦合等离子体质谱技术凭借其超高灵敏度、宽动态范围和多元素同时分析能力,在化工产品重金属检测领域发挥着不可替代的作用。本文系统阐述了ICP-MS技术在化工产品重金属检测中的应用,重点探讨了样品制备方法、仪器参数优化、分析方法选择、干扰消除策略以及数据处理技术。针对实际应用中存在的仪器成本、操作复杂性和样品制备等问题,提出了相应的解决方案。研究表明,通过建立标准化的分析流程和完善的质量控制体系,ICP-MS技术能够为化工产品中重金属元素的准确定量提供可靠的技术支持。

**[关键词]** 电感耦合等离子体质谱; 重金属检测; 化工产品; 干扰消除; 样品制备

**中图分类号:** TQ072 **文献标识码:** A

## Application of ICP-MS in Heavy Metal Detection in Chemical Products

Zhipeng Tian Jiixin Gong

Dongying Industrial Product Inspection and Metrological Verification Center

**[Abstract]** With the rapid development of the chemical industry and the increasing requirements for environmental protection, the accurate determination of heavy metal content has become a crucial aspect of quality control in chemical products. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) plays an irreplaceable role in the field of heavy metal detection in chemical products due to its ultra-high sensitivity, wide dynamic range, and the ability to simultaneously analyze multiple elements. This paper systematically elaborates on the application of ICP-MS technology in heavy metal detection in chemical products, focusing on sample preparation methods, instrument parameter optimization, analysis method selection, interference elimination strategies, and data processing techniques. Corresponding solutions are proposed for issues such as instrument cost, operational complexity, and sample preparation encountered in practical applications. Research shows that by establishing a standardized analysis process and a comprehensive quality control system, ICP-MS technology can provide reliable technical support for accurate quantification of heavy metal elements in chemical products.

**[Key words]** Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS); heavy metal detection; chemical products; interference elimination; sample preparation

### 引言

随着工业化进程的加速,化工产品广泛应用于各个领域,其质量和安全性直接关系到人类健康和环境保护。重金属元素作为一类有毒有害物质,在化工产品的生产和使用过程中可能引入,对人类和环境构成潜在威胁。因此,准确、快速地检测化工产品中的重金属元素,对于保障产品质量、控制环境污染具有重要意义。电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术作为一种先进的痕量元素分析手段,因其高灵敏度、高分辨率和高精确度,在重金属检测领域得到了广泛应用。本文旨在探讨ICP-MS技术在化

工产品重金属元素检测中的应用,为相关领域的科研人员和技术人员提供参考。

### 1 电感耦合等离子体质谱技术应用基本原理

电感耦合等离子体质谱技术的核心在于利用高频电场激发氩气,形成温度高达6000-10000K的等离子体。在如此极端的热力环境下,进样系统将待测样品以气溶胶状态导入等离子体中,样品物质经历去溶剂化、气化、原子化和电离等一系列复杂的物理变化过程。等离子体中产生的离子束经采样锥和扩散锥进入真空系统,随后通过离子透镜系统聚焦并被引导至质量分析

器。质量分析器依据离子的质荷比对其进行分离,最终由检测器将离子信号转化为电信号并经数据系统处理得到分析结果。这一技术的工作原理充分利用了等离子体的高温特性和质谱仪的分离检测能力,实现了对元素组分的高效分析。整个分析过程涉及复杂的仪器部件协同工作,包括样品导入系统、等离子体发生装置、接口区、离子光学系统、质量分析器及检测器等,各部分通过精密的电子控制系统实现自动化操作。

## 2 电感耦合等离子体质谱技术应用特点

电感耦合等离子体质谱技术作为现代分析测试领域的重要手段,具有多项显著的技术特征和应用优势。①灵敏度水平处于分析测试技术的领先地位,检测限可达ng/L级别,部分元素甚至能达到pg/L量级,这种超高灵敏度使其在环境监测、食品安全等领域发挥重要作用。②分辨能力优异,能够准确区分质量数相近的同位素,有效解决了传统分析方法中存在的质谱峰重叠问题。③测量精确度达到较高水平,相对标准偏差一般可控制在5%以内,分析结果具有良好的可靠性和重现性,为科研实验和质量控制提供了可靠依据。④分析速度快捷高效,采用全谱扫描模式能在1~2分钟内完成对质量数6~260范围内绝大多数元素的测定,极大提高了检测效率。⑤光谱干扰程度较低,分析谱图清晰简单,主要由单电荷离子峰构成,可有效避免复杂基体带来的干扰效应,降低了数据处理难度。⑥线性范围达到10<sup>9</sup>数量级,满足了从超痕量到较高浓度样品的分析需求,使得同一样品中主量组分和微量组分能够同时测定,减少了样品前处理过程中的稀释环节。

## 3 电感耦合等离子体质谱技术在化工产品重金属检测中的应用

### 3.1 样品制备

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术应用于化工产品重金属检测时,样品制备是整个分析过程中最为关键的环节。针对不同类型的化工产品,需采用不同的制备方案以确保分析结果的准确性和可靠性。对于液态样品,通常采用稀释-过滤法进行处理,使用超纯水或2%硝酸溶液将样品稀释至适宜浓度范围(一般在10~100ppb之间)。固态样品则需经过微波消解处理,将样品置于聚四氟乙烯消解罐中,加入适量的混合酸(如HNO<sub>3</sub>-HCl-HF混合酸),在180~200℃条件下进行消解。消解过程中需严格控制升温程序,通常采用分步升温方式:先以2℃/min的速率升温至120℃并保持30分钟,继续升温至180℃保持60分钟,最后将温度提升至200℃并维持40分钟,确保样品充分消解。消解完成后的溶液需经过0.45 μm微孔滤膜过滤,去除不溶性杂质。对于挥发性较强的元素(如汞、砷等),建议采用封闭式消解体系,并在消解过程中添加适量的稳定剂(如K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)以防止目标元素的挥发损失。样品制备过程中使用的所有器皿均需经过严格的酸洗处理,具体步骤为:先用普通去污剂清洗,再用10%硝酸溶液浸泡24小时,最后用超纯水反复冲洗至中性。为防止交叉污染,不同样品间的制备操作需使用独立的器具。制备完成的样品溶液应当立即进行分析,如需保存则应置于4℃冷藏环境中,保

存期限不宜超过7天。在整个样品制备过程中,需同步进行空白试验和加标回收试验,以评估制备过程中可能引入的污染和损失情况<sup>[1]</sup>。

### 3.2 仪器参数设置

ICP-MS仪器参数的优化设置直接关系到分析结果的质量。在进行重金属元素检测时,需要根据样品基体特性和目标元素的物理化学性质,对仪器的关键参数进行系统性调整。射频功率作为等离子体温度的主要控制因素,通常设定在1300~1500W范围内,较高的射频功率有利于降低氧化物干扰,但同时也会增加双电荷离子的产生。载气流速对离子的传输效率有显著影响,一般将主气流速度控制在14~16L/min,辅助气流速为0.8~1.2L/min,雾化气流速则需要根据所使用的雾化器类型进行调整,通常在0.8~1.0L/min之间。为了有效消除多原子离子干扰,需要合理设置碰撞/反应池参数,氦气作为碰撞气体时,其流速宜控制在4.5~5.5mL/min范围内。采样深度是影响离子传输效率的重要参数,建议设置在5~8mm之间。质量分析器的扫描方式选择取决于分析要求,对于常规定量分析,推荐采用跳峰扫描模式,驻留时间可设置为50~100ms/amu。离子透镜电压的调节需要通过调谐液进行日常优化,以获得最佳的离子传输效率。在仪器调谐过程中,应着重关注氧化物比例(CeO<sup>+</sup>/Ce<sup>+</sup>)和双电荷离子比例(Ba<sup>++</sup>/Ba<sup>+</sup>),使其分别控制在3%和3%以下。此外,为保证仪器性能的稳定性,建议每天进行灵敏度、质量轴和分辨率的检查与校正。

### 3.3 分析方法

ICP-MS分析方法的选择需要综合考虑样品特性、目标元素性质以及分析要求等多个因素。标准曲线法是最常用的定量分析方法,通过配制不同浓度梯度(通常为5~7个浓度点)的混合标准溶液,建立元素响应值与浓度之间的定量关系。标准溶液的配制需使用高纯度的单元素或多元素标准储备液,采用逐级稀释方式,确保每个浓度点的相对标准偏差(RSD)控制在1.5%以内<sup>[2]</sup>。内标法的应用可有效补偿基体效应和仪器漂移带来的影响,内标元素的选择需遵循以下原则:质量数接近待测元素、电离能相近、价态稳定且在样品中含量极低。常用的内标元素包括Li6、Sc45、Y89、In115和Bi209等。同位素稀释法具有较高的准确度,特别适用于痕量元素的精确定量,但该方法要求待测元素具有两个或以上稳定同位素,且同位素标记物的纯度和浓度必须经过严格校准。在实际分析中,往往需要将多种方法结合使用,如采用内标法结合标准曲线法,既可保证分析结果的准确度,又能提高分析效率。为验证方法的可靠性,需要通过测定有证标准物质来评估方法的准确度和精密度,要求相对标准偏差小于5%,回收率在90%~110%之间。

### 3.4 干扰消除

ICP-MS分析过程中的干扰问题是影响测定准确度的主要因素,需要采取系统性的消除策略。多原子离子干扰主要来源于等离子体气体、溶剂和样品基体,如40Ar16O<sup>+</sup>对56Fe<sup>+</sup>的干扰、40Ar40Ar<sup>+</sup>对80Se<sup>+</sup>的干扰等。通过引入碰撞/反应技术可有

效解决这类干扰,在碰撞模式下,氦气通过动能歧视机制选择性地减弱多原子离子信号;在反应模式下,氦气或氦气等反应气体可与干扰离子发生化学反应,生成中性分子或其他质荷比的离子。基体效应引起的物理干扰可通过基体匹配、内标校正或基体分离技术来消除。对于高基体样品,建议采用在线稀释系统,将样品浓度控制在总溶解固体含量不超过0.1%的水平。同位素重叠干扰的处理需要根据具体情况选择合适的方法,如选择无干扰同位素进行测定,或通过数学校正方程对干扰贡献进行扣除。在进行定量分析时,应充分考虑记忆效应的影响,通过延长清洗时间或使用含络合剂的清洗液来消除残留信号。

### 3.5 数据处理

ICP-MS数据处理是确保分析结果可靠性的重要环节,需要采用系统化的处理方法。原始数据的获取需考虑信号的稳定性,通常采集3-5次重复测量数据,每次测量包含20-30次读数<sup>[3]</sup>。数据平滑处理采用Savitzky-Golay算法,可有效降低信号噪声而不损失峰形信息。基线校正采用动态基线拟合方法,通过多项式函数对基线漂移进行实时补偿。信号漂移的校正基于内标元素响应值的变化趋势,要求相邻两个校准点之间的漂移不超过10%。检出限的计算采用 $3\sigma$ 方法,即空白溶液测定值的标准偏差的3倍。在数据定量分析中,线性范围的确定需要考虑检出限、方法空白值和仪器响应的线性关系,通常要求相关系数 $R^2$ 大于0.9995。测量结果的不确定度评估需要考虑随机误差和系统误差的贡献,包括样品制备、仪器测量、标准溶液配制等各个环节的不确定度分量。最终报告数据时,需根据有效数字相关规则进行修约,并给出适当的置信区间。

## 4 ICP-MS在化工产品重金属元素检测中应用的挑战与对策

### 4.1 仪器成本问题

ICP-MS仪器投资成本高昂,前期设备投入压力较大。加之日常使用中需配备专业级真空系统、高纯气体和各类耗材,运行维护费用持续攀升。针对这一挑战,可通过建立区域性检测中心,实现仪器资源共享,提高设备利用率。同时,制定科学的预防性维护计划,定期进行部件检查和清洁,延长仪器使用寿命,降低维护成本。建议采用模块化管理模式,对易损部件实行分类储备,确保仪器持续稳定运行。此外,可与仪器供应商建立长期合作关系,通过合同约定获取优惠的维护服务和备件支持,并积极探索融资租赁等创新型设备获取方式,缓解资金压力。

### 4.2 操作技术要求

ICP-MS技术操作流程繁复,涉及样品制备、仪器调谐、参数

优化等多个环节,对操作人员专业素养要求较高。解决方案包括建立系统化培训体系,通过理论学习与实践操作相结合的方式,培养专业技术人才。制定标准操作规程,将复杂操作步骤细化为可执行的具体指令,降低操作难度。引入智能化控制系统,实现部分参数的自动优化,减少人为干预,提高分析效率和结果可靠性。同时建立操作技能评估机制,定期组织专业技能考核,鼓励技术人员参与学术交流,及时掌握新技术发展动态,不断提升分析检测能力。

### 4.3 样品前处理难度

化工产品基质复杂,样品前处理过程繁琐且易受污染。为克服这一困难,需构建洁净样品制备环境,配备超净工作台与专用器具。优化消解工艺,选择合适的消解体系与温度程序,确保样品完全分解的同时降低污染风险。建立样品前处理标准化流程,针对不同样品制定专门的制备方案,确保处理过程的规范性与可重复性。采用自动化前处理设备,减少人工操作带来的误差,提高样品制备效率。建议开展样品前处理方法学研究,探索新型消解技术和净化手段,重点解决复杂基质干扰问题,开发快速、高效的样品制备方案。

## 5 结束语

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术作为一种先进的痕量元素分析手段,在化工产品重金属检测中具有广泛的应用前景,通过系统优化分析方法和完善质量控制措施,已实现对多种重金属元素的高效、准确检测。未来随着智能化控制技术的发展和分析方法的持续创新,ICP-MS技术将在样品前处理自动化、干扰消除智能化和数据处理集成化等方面取得新的突破,为化工产品质量控制提供更加可靠的技术保障。

### [参考文献]

[1]张玉环.化学分析技术在化工材料检测中的有效应用研究[J].化纤与纺织技术,2024,53(09):112-114.

[2]栾晓宇,张彬.电感耦合等离子体发射光谱技术在化工领域中的应用进展[J].辽宁化工,2022,51(06):795-799.

[3]施静峰,张云秀,张燕,等.电感耦合原子发射光谱在有机化工生产中的应用[J].化学工程与装备,2020,(11):233+215.

### 作者简介:

田治鹏(1998--),男,汉族,山东东营人,本科,助理工程师,研究方向为化工产品检验检测。

宫佳鑫(1996--),女,汉族,山东威海人,硕士研究生,助理工程师,研究方向为化工产品检验检测。