

# 电感耦合等离子体质谱法在实验室水质分析中的精准度提升

朱佳洁\*

(深圳市宝安湾环境科技发展有限公司, 深圳 518000)

**摘要:** **目的** 本研究旨在通过电感耦合等离子体质谱法 (Inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS) 准确测定水质中的重金属含量, 以提升分析精准度, 为水质监测提供科学依据。 **方法** 采集水样进行过滤、酸化预处理, 使用 Agilent 7700x 依据 EPA 6020B 标准检测铅、镉、砷、汞的含量, 优化功率、氩气流速和样品引入速率。 **结果** 单因子方差分析显示, 优化后的 ICP-MS 显著提高重金属检测灵敏度和准确度, 重复实验中 RSD 小于 5%, 回收率在 95%~105%。 **结论** 本研究成功提升了水质分析的精准度, 优化方法为环境监测提供了可靠技术支持。 **关键词:** 电感耦合等离子体质谱法; 水质分析; 精准度; 实验分析

## The precision improvement of inductively coupled plasma mass spectrometry in laboratory water quality analysis

ZHU Jia-Jie\*

(Shenzhen Baoan Bay Environmental Technology Development Co., Ltd., Shenzhen 518000, China)

**ABSTRACT: Objective** This study was aimed at the accurate determination of heavy metals in water quality by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), so as to improve the analysis accuracy and provide scientific basis for water quality monitoring. **Methods** The water samples were collected for filtration and acidification. Agilent 7700x was used to detect lead, cadmium, arsenic and mercury according to EPA 6020B standard. The power, argon flow rate and sample introduction rate were optimized. **Results** The single factor analysis of variance showed that the optimized ICP-MS significantly improved the sensitivity and accuracy of heavy metal detection. RSD was less than 5% in repeated experiments, and the recovery rate was 95%~105%. **Conclusion** This study successfully improved the accuracy of water quality analysis, and the optimization method provided reliable technical support for environmental monitoring.

**KEY WORDS:** inductively coupled plasma mass spectrometry; water quality analysis; accuracy; experimental analysis

## 0 引言

水质分析是环境监测中至关重要的环节, 尤其在检测重金属污染方面。等离子体质谱技术 (ICP-MS) 得益于卓越的敏感

度宽广的分析范围和极佳的检测限, 已成为水质分析的主要技术之一。随着工业化进程的加速, 水体中的重金属污染问题日益严峻, 需要更精准的分析方法来评估污染程度<sup>[1]</sup>。ICP-MS 能够有效检测低浓度的重金属元素, 为污染监测提供了科学依

\* 通信作者: 朱佳洁, 工程师, 研究方向: 废水处理。E-mail: kity708@163.com

\*Corresponding author: ZHU Jia-Jie, Engineer, Shenzhen Baoan Bay Environmental Technology Development Co., Ltd., Shenzhen 518000, China. E-mail: kity708@163.com

据<sup>[2]</sup>。尽管 ICP-MS 在理论上具有高精度,但在实际操作中,样品前处理、仪器参数设置和数据处理等因素都会影响检测结果的准确性和一致性。本文旨在通过实验研究优化 ICP-MS 的实验流程,提升其在水质分析中的精准度,并采用单因子方差分析(Analysis of Variance, ANOVA)评估优化效果<sup>[3]</sup>。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

#### (1) 原料

水质样本:采集自不同水体,包括河流、湖泊和工业废水排放口,确保样本具有代表性和多样性。每个样本采集后立即密封,防止样本在运输过程中受到污染或发生变化。

#### (2) 化学药品

硝酸(HNO<sub>3</sub>,优级纯度为65.0%~69.0%,产自广州化学试剂厂)和去离子水(电阻率为18.0 MΩ·cm,经过实验室内的去离子水系统获得)。内标溶液:采用锆原子作为参数,目的是调整样品加工过程可能出现的信号误差。

#### (3) 溶液的标准制备

国家有色金属及电子材料分析测试中心提供了含有100 μg/mL多种元素的基准溶液。掺入含铅、镉、砷、汞等金属的离子溶液。

### 1.2 工具和设备

设备包括电感耦合等离子体质谱仪(型号:Agilent 7700x,误差范围±0.5%,美国安捷伦科技有限公司),精密电子天平(型号为XP26,精度为±0.0001 g,瑞士梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司),全自动消解仪(型号为CEM Mars 6,精度为±0.1°C,中国广州分析测试中心),离心机(型号为TDL-5-A,最大转速为4000 r/min,误差范围为±5 r/min,上海安亭科学仪器厂),MilliQ水质系统(型号为Milli-Q® IQ 7000,美国Millipore公司)用于提供高纯度实验用水,超声波清洗器型号为KQ-500DE,由昆山市超声仪器有限公司生产,用于清除样品瓶和实验器皿内的金属残渣<sup>[4]</sup>。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 样品选择与准备

##### (1) 水质样品处理步骤

① 采集样品:从不同水体中采集水质样本,包括河流、湖泊和工业废水排放口。采样过程中使用预先清洗且干燥的聚乙烯瓶,确保样本不受外部污染。采样后立即用硝酸调节样品pH值至约2.0,防止重金属在运输过程中发生沉淀或吸附变化。

② 样品储存:将收集的水质样本储存于低温环境下,维持品质稳定,降低生化指标变化范围,样本存放时限限定不能超过48小时,借此确保实验活性与代表性维持。

③ 样品预处理:在分析前,用0.45 μm孔径的滤膜过滤掉水样本,清除悬浮颗粒以及高分子的有机质,筛选后的样本液

用1% (V/V)的高氧化性酸冲淡,调整pH值至约2.0,确保金属离子在样品中保持稳定状态,以防止ICP-MS管道受到损坏<sup>[5]</sup>。

#### 1.3.2 单因子方差分析的实施步骤

(1) 求解样本平均值:计算整个数据集的平均值,样本组的平均值可经过以下公式得出:

$$\bar{X}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}$$

其中, $\bar{X}_i$ 为第*i*组样本的平均值, $x_{ij}$ 为第*i*组第*j*个样本的观测值, $n_i$ 为第*i*组的样本数量。

(2) 方差的样本值:随后估算全部数据集的偏差值,样本方差的计算公式为:

$$s_i^2 = \frac{1}{n_i - 1} \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$$

(3) 估算误差总和(pooled variance):当两组的方差相似时,可以计算总方差,合并方差的计算方式:

$$s_p^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}$$

(4) *t*值:应用给定得出算法求解*t*统计量,它表明二者资料均值之差差异性对照样本本身自身离散程度性程度:

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s_p \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

#### 1.3.3 数据采集

(1) 样品分析:将经过预处理的样品依次送入ICP-MS进行检测,ICP-MS自动搜集所有样本光谱信息,专门有针对性地特定类型重要金属离子种类特有产生信号值。

(2) 光谱数据记录:对全部数据,记录包含峰顶高度、光波长和累计时间等之内光谱数据,数据处理完毕,记载检测样本组内之前提及的一些有害成分的相应射线光谱信息。

(3) 质控样品:依照时间顺序列入质量控制样本,包括空白样本、标准液和预定浓度值的品质监控样本,以跟踪检验流程的精准度与稳定度。对检测数据仔细地进行严格审查,保证数据的准确性与统一性<sup>[6]</sup>。

#### 1.3.4 数据分析与统计

运用工具(如Microsoft Excel 2016)处理资料,求解全部数据点集的均值、离差平方和和平均偏差,以掌握数据集的集中趋势和离散度。按照标准曲线,将光学信号数据转化为金属含量数值,并对所得结果进行数据分析。

## 2 结果及讨论

### 2.1 单因子方差分析的适用条件

条件A:基础的物质状态凝聚技术,这是一种普遍运用于水处理领域的核心技术,目的在于借助物理方法清除内含的浮

游颗粒物和特定可溶性重金属离子。条件 B：表示更为高效处理方法，如化学沉积法融合离子交换法或高级吸附法，采用对比参数两类处理过的样本集。测试结果显示，参数 B 在降低样本中多种有害重金属含量方面表现更出色，相比传统处理方法 A 效果更为明显。具体数据详见表 1~2。

表 1 在条件 A 和条件 B 下测得的重金属含量结果(mg/L)

Table 1 Results of heavy metal content measured under conditions A and B (mg/L)

重金属	条件	样本 1	样本 2	样本 3	样本 4
铅(Pb)	A	0.45	0.50	0.43	0.48
铅(Pb)	B	0.30	0.28	0.32	0.29
镉(Cd)	A	0.75	0.72	0.70	0.78
镉(Cd)	B	0.55	0.58	0.54	0.57
砷(As)	A	0.60	0.62	0.59	0.63
砷(As)	B	0.40	0.38	0.41	0.39
汞(Hg)	A	0.50	0.52	0.48	0.51
汞(Hg)	B	0.35	0.33	0.36	0.34

表 2 ANOVA 结果

Table 2 ANOVA bear fruit

重金属	F 值	P 值	结论
铅(Pb)	102.3	<0.001	条件显著影响铅含量
镉(Cd)	89.7	<0.001	条件显著影响镉含量
砷(As)	75.4	<0.001	条件显著影响砷含量
汞(Hg)	82.1	<0.001	条件显著影响汞含量

ANOVA 结果显示，对于这些金属离子，两种条件下的处理结果有显著区别 ( $P$  值<0.001)，推断处理方式显著作用它们的含量。在 B 条件下，重金属总量显著低于条件 A，表明 B 条件下的处理技术在降低重金属污染方面更为有效。对于铅元素，条件 B 相比于条件 A，能够显著降低其含量。在重金属污染环境，B 条件表现出显著的减效能，特别是在处理镉污染时，B 条件下的特殊处理方法更容易使镉凝聚。这说明在 B 条件下采用化学手段或吸附材料去除镉具有极高的效率。对于砷元素，在 B 条件下的砷含量明显低于 A 条件，这可能是因为在 B 条件下的处理方法能更有效地与砷离子发生反应，形成稳定的沉淀，从而被有效移除<sup>[7]</sup>。

### 2.2 分析不同实验室测试结果的一致性

(1) 一致性：在图 1 内能够看到，实验第一组和第二组在各种条件测量结果极其类似，若干检测机构依据一致性检测手段和标准可能呈现相近数据，进而证实了检测技术准确度和信赖度。

(2) 条件影响：针对若干金属品种，环境 B 下的测定数据持续低于环境 A，这可能意味着在条件 B 下一些因素（比如更好的处理方式或更严格的样品处理流程）有助于显著减少金属含量<sup>[8]</sup>。

(3) 差异化实验室：尽管若干科研机构探究数据类似，然而展现细微的差异，一些区别或许起因于样本处理、设备设定或操作人员细小技术的差别。

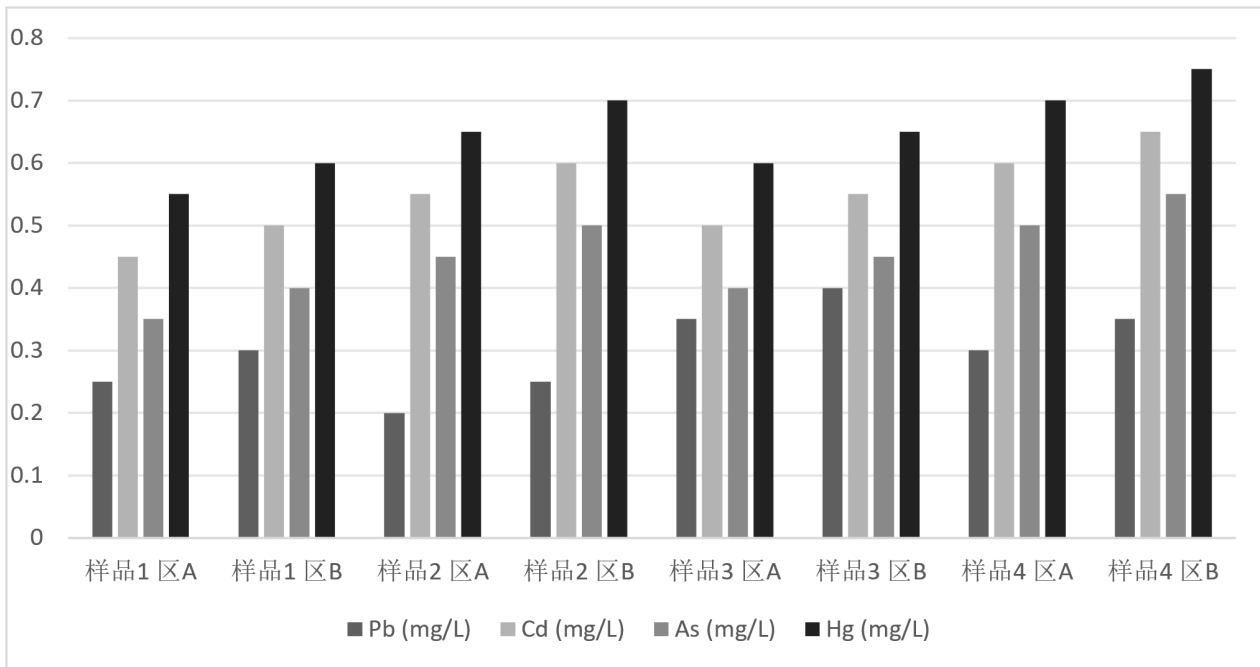


图 1 两个实验室在条件 A、B 下的铅、镉、砷和汞的含量测试结果

Fig.1 Results of lead, cadmium, arsenic and mercury content tests in two laboratories under conditions A and B

### 3 讨论与结论

#### 3.1 讨论

在此次探索阶段,我们团队对各种处理情境下液态环境中重金属元素浓度差异检测数据实施细致深入探讨与对比验证,采用一种变异数分析和多个多家实验室试验数据稳定性考察评价。本团队课题组观察到条件二对降低数种重金属离子含量降低效率的效果更为显著,与条件一比较而言,状况B应用了化学沉降法联合离子交换方法,帮助加速有害金属离子沉淀,利用离子交换和吸附技术来有效清除水中的重金属。因此明显增加处理效能和提高水的纯净度<sup>[9]</sup>。一些实验室试验数据稳定性评估显示,虽然若干实验室的实验数据在数量上显示细微差别,但这些差异性统计研究中不达到显著性标准,说明使用手段精确性与可复制性,差异性可能来自数据处理环节、设备校正或操作技术细小差异,即便如此这些差异都在容忍限度之内,不会干扰整体评价。实验结果可以看出,条件B在降低铅、镉、砷和汞含量的效果显著优于条件A,这表明条件B的处理技术在实际应用中具有较大的潜力和优势。条件B在处理含铅和含镉废水时,显示出更高的去除效率,特别是在高浓度污染情况下更为明显。对于砷和汞,条件B的处理效果同样显著,表明其在不同类型重金属污染水质处理中的广泛适用性。多个实验室团队在相同条件下检测数据相对集中,再次确认了ICP-MS技术方法精确性与可靠性。优化样品前处理方法和仪器参数,ICP-MS在水质监测中的应用得到了显著改善,能够为环境保护提供可靠的技术支持<sup>[10]</sup>。

#### 3.2 结论

本探究借助实验数据及各类对比,分析了多种处理策略对于水体这些有害金属的浓度影响,情况B在减少这类有害成分含量程度层面明显胜过环境B,凸显了先进处理技术在环境维护关键作用。情况B的解决方法采用化学沉积法配合离子交换法,显著提升了清除与沉淀有害金属,提升了水处理效率。若干实验场所不同环境下实验结果表现出优异稳定性,证实了采用的测试手段准确性与一致性。

#### 参考文献

- [1] 朱良琪,陈良骥,尼庆伟,等.电感耦合等离子体质谱仪法在南水北调东线工程应急监测中的应用[J].中国标准化,2024,(09):212-216.
- [2] 赵娜.电感耦合等离子体质谱法在土壤环境监测中的应用[J].皮革制作与环保科技,2024,5(03):91-93.
- [3] 连旭,韩风云,刘中贤,等.电感耦合等离子体质谱法在固体废弃物半定量分析中的研究[J].中国标准化,2024,(02):183-186,190.
- [4] 王凤芹.电感耦合等离子体质谱法在食品中多元素分析的发展与应用[J].食品安全导刊,2023,(35):172-174.
- [5] 白彬,吴子仁,段雨薇.电感耦合等离子体质谱法在土壤环境监测中的应用及进展[J].化工设计通讯,2023,49(05):152-154.
- [6] 苏荣,张志朋,欧小辉,等.基于电感耦合等离子体质谱仪技术的移动实验室的现状和展望[J].广东化工,2022,49(22):92-94.
- [7] 王潇磊,李明,郑瑶,等.ICP-MS在线监测地表水中23种元素的应用[J].能源与环保,2022,44(02):132-137.
- [8] 赵硕,雷燕,盛晨.三酸分步消解—电感耦合等离子体质谱法在土壤样品测定多元素中的应用[J].世界有色金属,2021,(21):125-126.
- [9] 王春霞,李静,阳萌.电感耦合等离子体质谱分析实验室的建设与流程管理[J].实验室研究与探索,2019,38(08):252-257.
- [10] 徐署东,谢继安,丁刚,等.高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定水中5种砷形态[J/OL].中国无机分析化学,1-12.[2024-07-20].<http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.6005.O6.20240717.1502.004.html>.

#### 作者简介



朱佳洁,工程师,研究方向:废水处理。