

ICP-OES法分析环境水样中微量元素的优化与实践

卢依鸣 杜丽娜 张璐璐 王金锦

浙江中通检测科技有限公司 浙江 宁波 315100

摘要: 本文聚焦ICP-OES法在环境水样微量元素分析中的优化与实践。通过系统探讨仪器参数优化(如功率、雾化器流量)、样品前处理改进(如酸化、稀释策略)及质量控制强化(如加标回收、实验室比对),显著提升分析的灵敏度、准确度与稳定性。实际应用表明,优化后的方法能有效降低基体干扰,提高低浓度元素检测能力,为环境监测提供更可靠的技术支持。

关键词: ICP-OES法; 环境水样; 微量元素; 优化; 实践

引言: 环境水样中微量元素的准确测定对于评估水体污染状况、保护水资源及生态系统安全至关重要。ICP-OES法以其多元素同步分析、高灵敏度及宽线性范围等优势,成为环境监测领域的常用手段。实际分析中常面临基体干扰、仪器漂移及低浓度元素检测限不足等挑战。因此优化ICP-OES法分析条件、提升分析质量,对于保障环境监测数据的准确性和可靠性具有重要意义。本文旨在通过实验研究与实践经验分享,探讨ICP-OES法在环境水样微量元素分析中的优化策略与实践应用。

1 ICP-OES法的基本原理与操作流程

1.1 ICP-OES法的基本原理

ICP-OES(电感耦合等离子体发射光谱法)是一种基于原子发射光谱原理的分析技术,其核心在于利用电感耦合等离子体(ICP)作为激发光源。当样品溶液被雾化器转化为气溶胶并引入高温等离子体中时,样品中的原子或离子被激发至高能态。这些激发态的原子或离子在返回基态的过程中,会发射出特定波长的特征光谱。每种元素具有独特的发射光谱,通过检测这些光谱的波长和强度,可实现对样品中多种元素的同时定量分析。ICP-OES具有灵敏度高、线性范围宽、多元素同时测定等优点,广泛应用于环境监测、材料分析、食品检测等领域。

1.2 ICP-OES法的操作流程

第一、样品准备;根据样品类型选择合适的预处理方法(如溶解、稀释、消解等),确保样品溶液澄清无颗粒物,并调整至仪器要求的浓度范围。第二、仪器开机与初始化;依次开启冷却水、氩气、射频发生器及光谱仪主机,进行自检和光路校准,预热至少30分钟以确保等离子体稳定。第三、参数设置;在软件中输入分析元素列表,选择对应的分析谱线(优先选择干扰小、灵敏度高的谱线),设置积分时间、雾化器流量、射频功率等关键参数^[1]。第四、标准曲线绘制;配制系列浓度

标准溶液,按顺序依次进样分析,记录各元素的发射强度,通过线性回归建立浓度-强度标准曲线。第五、样品分析;将预处理后的样品溶液引入雾化器,仪器自动采集光谱数据,软件根据标准曲线计算样品中各元素的含量。第六、结果处理与报告;对分析数据进行审核,评估精密度与准确度,生成包含元素名称、浓度、检测限等信息的报告。第七、仪器维护;分析结束后,依次关闭射频发生器、氩气、冷却水,清洗进样系统(如蠕动泵管、雾化室),防止样品残留污染。注意事项:需定期检查氩气纯度($\geq 99.996\%$)和冷却水流量;雾化器需保持清洁,避免堵塞;实验室环境需保持恒温恒湿,减少光谱漂移。

2 环境水样中微量元素的样品处理与优化

2.1 样品采集与保存

环境水样(包括地表水、地下水、工业废水等)的采集与保存是微量元素分析的关键前提,需严格遵循规范以避免目标元素的损失或形态变化。采集时应优先选用聚乙烯或高密度聚乙烯(HDPE)材质的容器,避免使用玻璃容器(因可能释放硼、硅等干扰元素);采样点需根据水体类型合理选择。采集后需立即向水样中加入酸化剂(如硝酸, HNO_3),调节pH值至 < 2 以抑制微生物活动及金属元素的沉淀,随后于 4°C 冷藏保存,并在72小时内完成分析。对于易挥发元素(如汞、砷),可额外加入还原剂(如硫脲)固定其形态;采集后需密封避光保存,以减少光照引起的氧化反应,采集过程中需避免使用金属工具接触水样,防止外源污染。

2.2 样品预处理与富集

预处理步骤旨在去除水样中的基质干扰(如有机物、悬浮颗粒)并富集目标微量元素,从而提高检测灵敏度。首先,通过 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤或离心分离去除悬浮颗粒和胶体物质;随后,根据水样基质选择合适的消解

方法,如酸消解($\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 混合酸)、微波消解或高压消解,确保有机物完全分解。对于目标元素浓度较低的水样,需采用富集技术,包括固相萃取(利用离子交换树脂、螯合树脂或活性炭吸附目标元素)、液-液萃取(通过有机溶剂选择性萃取特定元素)或共沉淀法(加入载体如 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 共沉淀目标元素,离心分离后溶解于酸中)。消解过程中需严格控制温度和时间,避免元素挥发损失;富集步骤需通过标准物质验证回收率,确保目标元素无显著吸附损失。

2.3 干扰因素的消除

环境水样中微量元素分析常受基质干扰,需通过技术手段消除或校正。物理干扰主要包括光谱干扰(高浓度基体元素如Na、K引起等离子体背景增强)和信号抑制(大量共存元素抑制目标元素信号),可通过选择干扰较小的分析谱线、基体匹配法、稀释样品或优化等离子体参数(如射频功率)缓解。化学干扰则涉及共沉淀干扰(Fe、Al等元素形成难溶化合物包裹目标元素)和络合干扰(有机物或无机络合剂如EDTA螯合目标元素),需通过加入释放剂(如EDTA)或调整pH值、预处理(如紫外光解)破坏络合结构^[2]。仪器优化方面,可采用高分辨率光谱仪(如中阶梯光栅光谱仪)提高谱线分辨率,或应用内标法(如加入Sc、Y等内标元素)校正仪器漂移。针对不同水样类型,需建立干扰数据库并制定个性化预处理方案,同时定期校准仪器以确保干扰校正的准确性。

3 ICP-OES 法在环境水样微量元素分析中的应用实践

3.1 地表水微量元素分布特征研究

地表水作为生态系统的重要组成部分,其微量元素分布特征不仅是区域地质背景的直观反映,更是人类活动影响与水体自净能力的综合体现。ICP-OES法凭借其多元素同步测定的技术优势、高灵敏度的检测能力以及宽线性范围的定量分析特性,已成为地表水微量元素分布特征研究的首选分析手段。在实际应用中,通过科学布设代表性采样点(如河流上下游、湖泊不同水层),利用ICP-OES法同步测定Fe、Mn、Cu、Zn、Pb、Cd等关键元素含量,并结合GIS技术绘制空间分布图,能够清晰揭示水体中重金属的迁移规律与空间分布特征。通过时间序列分析,对同一采样点进行季度或年度监测,可深入分析微量元素浓度的季节性变化规律。在溯源研究方面,结合稳定同位素技术(如Pb同位素比值),通过ICP-OES法测定的微量元素指纹图谱,能够精准追踪污染物的来源。为进一步提升分析精度,建议针对低浓度元素(如As、Hg)结合预富集技术(如固相萃取)以提

高检测灵敏度,并结合水化学参数(如pH、溶解氧)分析,揭示微量元素形态转化机制,为地表水环境管理提供科学依据。

3.2 工业废水排放监测

工业废水含有大量重金属和有毒有害物质,其排放是水体污染的主要来源之一,对生态环境和人类健康构成严重威胁。ICP-OES法凭借其快速、准确的检测能力,可高效测定废水中Cr、Ni、Cu、Zn等元素浓度,为环境监管提供强有力的技术支撑。在常规监测中,对电镀、冶金、化工等重点行业废水排放口进行定期采样,利用ICP-OES法检测重金属浓度,可准确评估企业废水处理设施的运行效果。为进一步提升监测效率,可将ICP-OES与自动采样器、预处理单元集成,实现废水重金属的实时在线监测^[3]。在溯源与执法方面,通过对比企业废水排放口与接纳水体的微量元素指纹图谱,可精准识别污染责任主体。针对高盐度废水,建议优化样品预处理(如稀释或基体匹配)以减少盐效应干扰,并结合水质模型模拟重金属在环境中的迁移转化,评估长期环境风险,为工业废水排放管理提供科学依据。

3.3 突发水污染事件应急监测

突发水污染事件(如化工泄漏、尾矿库溃坝)具有突发性强、危害性大的特点,需快速、准确地获取污染信息以指导应急处置。ICP-OES法在应急监测中可实现多元素同步分析,为决策提供关键数据支持。在快速筛查阶段,利用便携式ICP-OES设备对水样进行现场筛查,可初步判断污染元素种类(如As、Hg、Pb)及浓度范围。在动态监测阶段,沿水流方向布设监测断面,利用ICP-OES法追踪污染物迁移路径和浓度变化趋势。在风险评估阶段,结合毒理学数据和暴露模型,利用ICP-OES法测定的微量元素浓度评估水体对生态系统和人体健康的风险。为进一步提升应急监测能力,建议开发便携式ICP-OES设备与移动实验室,实现现场快速检测,并建立应急监测数据库,整合历史污染事件数据,提升应急响应效率,为突发水污染事件的应急处置提供有力保障。

4 ICP-OES 法检测环境水样中微量元素的质量控制

4.1 实验室内部质量控制

实验室内部质量控制是确保ICP-OES法检测环境水样中微量元素结果准确性和可靠性的基础。定期使用多元素标准溶液对仪器进行校准,绘制校准曲线并验证其线性范围和灵敏度;每日检测前进行仪器预热与性能检查,确保仪器处于最佳工作状态。:每批次样品检测时,同步分析试剂空白和实验用水空白,评估背景干扰;同时插入平行样品,计算相对偏差(RSD),要求

关键元素（如Pb、Cd）的RSD $\leq 5\%$ 。在部分样品中加入已知浓度的标准物质，计算加标回收率，要求回收率范围在85%~115%之间，以验证分析方法的准确性。绘制关键元素的浓度-时间或浓度-批次QC图，监控检测结果的长期稳定性，及时发现并纠正系统误差。定期组织实验人员参加ICP-OES操作与数据分析培训，通过理论考试和实操考核确保人员能力符合要求。

4.2 实验室间比对与能力验证

实验室间比对与能力验证是评估实验室检测能力、识别潜在问题并促进技术交流的重要手段。具体实施包括：参加权威机构组织的能力验证计划：如生态环境部或国际实验室认可合作组织（ILAC）主导的能力验证项目，按照要求完成标准样品检测并提交结果，通过Z比分值（Z-score）评估实验室表现（ $|Z| \leq 2$ 为满意结果）。实验室间比对实验：与同领域其他实验室合作，对同一批环境水样进行独立检测，对比各实验室的检测结果，分析差异原因并优化分析流程^[4]。标准物质联合测定：联合多家实验室对同一标准物质进行检测，通过统计方法（如t检验、F检验）评估各实验室的检测结果一致性，识别是否存在显著性差异。技术交流与经验分享：定期组织实验室间技术研讨会，分享ICP-OES操作技巧、数据处理方法及质量改进经验，共同提升行业整体水平。

4.3 质量保证体系构建

质量保证体系（QA系统）是确保ICP-OES法检测环境水样中微量元素全过程质量受控的框架。制定并执行涵盖样品采集、保存、运输、前处理、检测、数据报告等全流程的标准操作规程（SOP），确保每一步操作均有据可依。根据实验室能力与客户需求，设定关键质量目标（如检测准确度、精密度、报告及时性等），并定期

评估达成情况。识别检测过程中可能存在的风险点（如样品污染、仪器漂移、人员操作失误等），制定针对性控制措施并纳入日常管理。通过内部审核、管理评审、客户反馈等途径，发现质量管理体系中的不足，制定纠正措施并跟踪验证，实现持续改进。引入实验室信息管理系统（LIMS），实现样品信息、检测数据、质量控制记录的电子化管理，提高数据追溯性与工作效率。

结束语

ICP-OES法在环境水样微量元素分析中展现出强大潜力，但其性能的充分发挥依赖于方法的持续优化与实践经验的不断积累。通过本文的研究与实践，验证了仪器参数优化、样品前处理改进及质量控制强化对提升分析质量的重要性。未来，随着技术的不断进步与分析需求的日益增长，ICP-OES法将在环境监测领域发挥更加广泛而深入的作用。期待与同行共同努力，不断探索创新，为环境保护事业贡献更多力量。

参考文献

- [1]赵晶.环境监测现场采样问题及注意事项探讨[J].绿色环保建材,2021,(07):49-50.
- [2]湛江,李林柱,刘金宝.环境应急监测中的污水样品采集与保存方案研究[J].中国资源综合利用,2020,38(05):117-119.
- [3]朱瑾陶.水环境监测及水污染防治问题探讨[J].资源节约与环保,2022,(03):57-60.DOI:10.16317/j.cnki.12-1377/x.2022.03.022.
- [4]郑鑫吾.气相分子吸收光谱法测定海水中氨氮的干扰因素识别及预处理方法研究[D].北京林业大学,2022. DOI:10.26949/d.cnki.gblyu.2022.000463.