

Study and optimization of heavy metal content detection method in chemical products

Zhenzhen Cao Xinyu Shi

Zibo Institute of Inspection, Testing and Metrology, Zibo, Shandong, 255060, China

Abstract

In the quality control of chemical products and environmental safety supervision, heavy metal content detection technology holds a significant position. Although traditional detection methods have a certain application foundation, they are limited in sensitivity, accuracy, and operational efficiency, making it difficult to fully meet the complex sample analysis requirements. This paper focuses on the current development status of heavy metal detection technology, delving into the application performance and technical points of atomic absorption spectroscopy, inductively coupled plasma emission spectroscopy, and X-ray fluorescence spectroscopy. It emphasizes research progress in key areas such as pretreatment optimization, interference control, parameter adjustment, and automation integration. The paper proposes standardized and modular optimization strategies for testing methods targeting various types of chemical products, aiming to enhance the reliability and engineering adaptability of test results, and to promote the development of testing systems towards higher efficiency, standardization, and intelligence.

Keywords

heavy metal detection; chemical products; spectroscopic analysis; method optimization; standardization

化工产品中重金属含量检测方法的研究与优化

曹臻臻 史新宇

淄博市检验检测计量研究总院, 中国·山东 淄博 255060

摘要

在化工产品质量控制与环境安全监管中, 重金属含量检测技术具有重要地位。传统检测方法虽具备一定应用基础, 但在灵敏度、准确性、操作效率等方面存在局限, 难以全面满足复杂样品分析需求。本文围绕重金属检测技术的发展现状, 深入剖析原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法与X射线荧光光谱法的应用性能与技术要点, 重点探讨前处理优化、干扰控制、参数调节及自动化集成等关键环节的研究进展, 提出面向多类型化工产品的检测方法标准化与模块化优化策略, 以期提升检测结果的可靠性和工程适应性, 推动检测体系向高效、规范、智能方向发展。

关键词

重金属检测; 化工产品; 光谱分析; 方法优化; 标准化

1 引言

化工行业在生产过程中普遍涉及多种重金属元素的引入与转化, 部分重金属具有毒性强、生物累积性高、迁移能力强等特征, 其含量控制直接关系到产品安全性、环保指标及下游应用合规性。因而, 精准高效的重金属检测方法不仅是行业监管的重要技术支撑, 也构成绿色制造与清洁生产体系的核心环节。当前主流的检测方法如原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法及X射线荧光光谱法等虽在实验室环境下成熟稳定, 但在实际应用中仍面临复杂基体干扰、痕量元素识别能力不足、设备操作要求高等难点问题。针对这些技术瓶颈, 亟需从样品前处理流程、仪器参数优化、

数据分析系统等多个层面进行系统研究, 构建科学、规范、适应性强的检测优化路径, 为化工产品的质量控制与环保评价提供坚实保障。

2 重金属检测的基本原理与分类

重金属元素在化工产品中表现出较强的化学稳定性、挥发性及复杂的络合行为, 易与有机基团或其他无机离子结合形成多种形态, 导致检测过程复杂度增加。部分重金属如铅、镉、汞等对人体和生态系统具有明显毒性, 其含量即使微量亦需严格监控。在化工生产过程中, 这些元素可能以杂质、催化剂残留或副产物形式存在, 其定量检测对保障产品质量具有决定性作用。检测过程需兼顾灵敏度、选择性与稳定性, 适应多组分、复杂基质背景下的分析需求, 对样品前处理、方法灵敏度、抗干扰能力及仪器适配性提出高要求, 促使检测方法不断向高精度、高通量与多元素同步分析方向

【作者简介】曹臻臻(1982-), 女, 中国山东淄博人, 本科, 高级工程师, 从事化工检验研究。

发展。电感耦合等离子体法适应元素范围广,具备多元素同时测定能力。X射线荧光法适合无损检测及固体样品分析。以上方法各具优劣,其适用范围取决于样品形态、元素浓度、背景基体及所需灵敏度,在实际应用中往往需结合样品特征与检测目标进行合理选择与搭配。

3 当前主流重金属检测方法分析

3.1 原子吸收光谱法的应用特点与局限性

原子吸收光谱法基于重金属元素对特定波长光的吸收特性,通过测量吸收强度与浓度之间的线性关系进行定量分析,在测定铅、镉、铜等元素中具有良好的准确性和重复性。该方法检测限普遍在 0.001mg/L 至 0.01mg/L 之间,适用于痕量分析和单元素精确定量。火焰原子化系统适合检测范围在 0.1mg/L 至 10mg/L 的中高浓度样品,而石墨炉原子化系统可将灵敏度提高至 0.0005mg/L。该法操作简便,设备成本低,适用于常规实验室环境。局限性在于无法实现多元素同时检测,通量受限,对样品基体有较高要求。在复杂化工基质中,背景干扰信号可使误差扩大至 10% 以上,需要增加背景校正模块进行干扰补偿。此外仪器自动化程度较低,不利于高通量连续检测流程。面对多组分快速测定需求,原子吸收光谱法在效率与功能上存在一定技术瓶颈。

3.2 电感耦合等离子体发射光谱法的性能剖析

电感耦合等离子体发射光谱法采用高频电场激发氩气形成等离子体,将样品中金属元素激发至高能态,分析其发射谱线强度以实现多元素同步定量,适用于几乎所有重金属元素,检出限可达 0.0001mg/L,精密度在 2% 以内。该方法具有极高的灵敏度与动态线性范围,最高可覆盖从 0.0001mg/L 至 100mg/L 的检测区间,尤其适用于高通量样品筛查任务。ICP-OES 系统支持一次检测 20 种以上元素,显著提升检测效率,在检测周期小于 10 分钟的条件下实现大批量样本处理。设备集成化程度高,配套自动进样系统与光谱数据库,可完成自动定标与干扰识别。技术限制在于仪器结构复杂,维护成本高,运行氩气消耗达 15L/min,对实验室气源与电源要求较高,部分强酸基体样品处理不当可能引发等离子体不稳定。尽管如此,该方法在工业质量控制与环境监测中仍为主力技术手段。

3.3 X 射线荧光光谱法的技术机制与适用场景

X 射线荧光光谱法以激发样品中重金属元素产生特征荧光信号为基础,通过测量荧光强度判断元素含量,广泛应用于固体、粉末及部分液体样品的快速无损检测。该法检测下限通常在 1mg/kg 至 10mg/kg,适合中高浓度快速筛查,对样品形态适应性强,分析速度小于 5 分钟。台式与手持式 XRF 设备均支持无前处理直读,适用于生产现场、仓储环节及质量抽检。多元素同步扫描能力可覆盖 20 种以上金属元素,具有良好重现性与稳定性。该法无需化学试剂,避免二次污染,操作成本低,但对轻元素如钠、镁等响应不敏感,

检测误差可达 20% 以上。复杂有机基体及样品表面不均一性可能引起散射信号干扰,影响定量准确性。在需要高通量快速判别和无损测试的场景下,X 射线荧光光谱法具有显著优势,但在精密痕量分析和复杂基质识别中需与其他方法联合使用以提高检测可靠性。

4 检测技术的灵敏度与干扰控制研究

4.1 样品前处理技术的改进路径

化工产品中重金属检测的准确性在很大程度上取决于样品前处理效率与纯化效果。酸消解法在重金属释放方面仍是主流技术,通过硝酸、盐酸与过氧化氢复配可实现对 95% 以上金属元素的完全溶解。微波消解系统在处理 100mL 样品时可将消解时间控制在 30 分钟内,并将残留率降低至 2% 以下。在含油、有机类复杂化工样品中,酶促降解与有机溶剂辅助破乳技术可提升分离效率 20%。固液分离过程中,采用超滤膜孔径控制在 0.45 μm 范围内能够显著减少粒径干扰。在金属态形态分析前,螯合剂预处理可将自由离子与配位络合物区分开来,提高 ICP 检测选择性。自动化进样系统结合程序控温模块,在保持处理温度在 180℃、压力控制在 30bar 条件下可有效提升酸解效率并抑制过氧化副反应。在优化前处理路径的同时,需要控制酸耗、样品损耗与污染源风险以提高整体处理效率与环境友好性。

4.2 基体干扰的识别机制与抑制策略

重金属检测中基体干扰主要表现为共存离子的光谱重叠、化学抑制与信号吸收等效应,可能造成测量误差超过 30%。ICP 检测中,钠、钾等碱金属离子浓度超过 100mg/L 时会抑制锌、铬的信号发射,需采用内标法进行校正。背景扣除算法可通过测定空白样品基线变化,对信号偏移进行校准,误差控制精度可达 $\pm 2\%$ 。在原子吸收光谱法中,使用氘灯背景校正技术可有效抑制分子吸收干扰,信噪比提升 30% 以上。化学抑制剂如 EDTA、三乙醇胺等可在样品中形成稳定络合物,阻止共存金属离子的共沉淀干扰。在 X 射线荧光法中,通过激发强度归一化处理、多点校准及标准样本响应调节技术可将基体效应误差由 15% 降至 5%。采用标准加入法进行定量可有效消除基体复杂度带来的波动问题,适用于多种高盐、有机质和粘稠物质样本。

4.3 痕量检测中的灵敏度增强手段

为提高痕量重金属元素的检测灵敏度,需从样品富集、信号放大及仪器调校多个层面进行技术干预。在原子吸收光谱分析中,采用石墨炉进样系统比火焰系统提高灵敏度 10 倍以上,最低检出限可达 0.0001mg/L。通过固相萃取富集步骤将目标金属富集倍数提升至 100 倍,在浓缩体积控制在 5mL 以内条件下可有效抑制背景噪声。ICP 系统中增加氦气辅助通道将等离子体稳定性维持在温度 7000K 范围内,有助于提升弱发射信号强度并降低漂移误差。应用信号积分扩展算法对弱信号进行时域积累处理,可提升检测灵敏度约

40%。采用同步多波长检测策略提高分辨率,精度提升幅度达15%。使用标准化曲线进行双重校准配合自动漂移修正程序,可以在低浓度条件下稳定输出数据。引入高灵敏度探测器如电荷耦合器件可将信号放大倍率扩展至1000倍,为超痕量元素分析提供数据保障。

5 检测设备参数与操作流程优化

5.1 仪器参数调节对检测准确度的影响

检测设备运行过程中各项参数的设置对分析结果具有直接影响。光谱仪器中,波长设定误差超过0.2nm会导致信号偏移与背景干扰显著上升。火焰原子吸收系统中,空气与乙炔比例调节至13:1时可获得最佳燃烧稳定性,火焰温度可维持在2300℃,提高金属原子化效率。石墨炉升温程序中控温速率若超过200℃/s,易造成样品喷溅损失,建议设定为150℃/s以内以保障完整性。ICP系统中,射频功率设定为1200W至1500W之间时,等离子体激发效率最佳。喷雾器进样速率控制在1mL/min以内可减小基体效应。在X射线荧光系统中,高压管电压设定为50kV,电流维持1mA可实现最佳激发效果。优化仪器参数可将检测误差压缩在5%以内,有效增强数据的稳定性和可重复性。

5.2 自动化控制系统在检测流程中的嵌入式改良

自动化控制系统的嵌入有助于提升检测效率与数据一致性,在多样品并行处理与过程稳定性方面表现突出。采用程序设定控制消解、进样、清洗与检测过程,可实现一次性处理40个以上样本,平均单样本处理时间缩短至7分钟。在ICP检测系统中,自动进样器与多通道切换阀结合可支持连续分析,不间断运行时间可达10小时以上。石墨炉中引入PID温控算法使加热曲线与设定程序高度吻合,升温偏差控制在±2℃。自动背景扣除与光强自适应功能可实时调整检测通道灵敏度,提升信噪比。XRF系统配置电动样品转台后可避免单点照射误差,提高取样均匀性。检测流程中的操作一致性可显著提高数据的重现性与可追溯性,为复杂样本的标准化分析提供有力支撑。

5.3 数据采集与分析软件的协同优化方案

数据采集与分析软件在检测流程中承担着信号解析、

谱图拟合与定量运算的关键角色,优化其协同能力可有效提升整体工作效率。光谱数据采集系统应具备实时多通道监测功能,采样频率应控制在1Hz至10Hz之间,以获取稳定信号并减少漂移。引入自动基线拟合与峰识别算法可将人工操作误差压缩至1%以内。数据分析平台支持标准曲线自动拟合、背景扣除、灵敏度校准与漂移补偿模块,可在3秒内完成全流程计算输出。软件系统与仪器运行控制实现数据链路互通后,可将异常信号反馈至进样系统进行排查重测,实现闭环控制。在ICP系统中,配备数据库比对功能后可将识别正确率从85%提高至97%以上。通过可视化界面与参数实时调节模块,用户可快速识别问题点并进行修正,增强系统适应性与扩展能力。

6 结语

重金属含量检测在化工产品质量管控与安全评估体系中占据关键地位,检测技术的进步直接关系到行业标准的执行效果与环境风险防控能力。通过对原理机制、仪器性能、前处理方式、干扰控制路径及自动化运维系统的系统性优化,能够有效提升检测灵敏度与准确度,降低误差水平与人为干预比例。不同检测方法在应用场景与数据需求上的互补性,为建立多维度、高通量、智能化的检测系统提供了现实基础。面向未来,检测方法标准化与模块化路径将不断推进,实现从单一元素定量向复杂体系识别的转变,为化工行业绿色高效发展提供更强的技术支撑与质量保障。

参考文献

- [1] 王莹莹.微波消解—原子吸收光谱法在化工废水重金属离子检测中的应用[J].纯碱工业,2025(02):27-29.
- [2] 姚京裕,李玉峰,徐久盛,杨宁宁.化工废水中重金属离子检测与去除技术研究[J].中国轮胎资源综合利用,2025(03):112-114.
- [3] 胡芬静,裘金燕,宋立玲.化工产品重金属含量光谱快速检测方法的优化研究[J].化工设计通讯,2025,51(01):84-86.
- [4] 邓江华.化工园区土壤环境监测中有害重金属残留的检测[J].山西化工,2024,44(12):204-205+239.
- [5] 廖颖敏,宋道冲,黄晓佳.磁性萃取材料在重金属检测及形态分析中的应用进展[J].分析化学,2024,52(10):1379-1389.