

Application of Sample Pretreatment Combined with ICP-MS Technology in Heavy Metal Element Analysis

Xiaoxiao Qi

Zhejiang Lvqing Testing Technology Co., Ltd., Jiaxing, Zhejiang, 314000, China

Abstract

The purpose of this study is to explore the application of sample pretreatment combined with inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) in the analysis of heavy metal elements, the accumulation of heavy metal elements in the environment and in living organisms has attracted much attention, so that accurate and efficient analysis methods have become crucial. As one of the key steps in the analysis process, sample preprocessing can significantly improve the sensitivity and accuracy of the analysis. In this study, the review of the existing literature summarizes the different types of sample pretreatment methods, including solid phase extraction, liquid extraction and pre-concentration techniques. In addition, ICP-MS is widely used as a highly sensitive and selective instrument for the quantitative analysis of heavy metal elements. This paper provides a detailed introduction to the principle and working mechanism of ICP-MS, and discusses its application in different sample matrices. Through this information, the aim of this study is to provide researchers with reference for the latest progress and method selection in heavy metal element analysis.

Keywords

heavy metal elements; sample pre-treatment; inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS); analysis methods; analysis sensitivity

样品前处理与 ICP-MS 联用技术在重金属元素分析中的应用

祁晓晓

浙江绿青检测科技有限公司, 中国·浙江 嘉兴 314000

摘 要

本研究旨在探讨样品前处理与电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 联用技术在重金属元素分析中的应用。重金属元素在环境和生物体中的积累已经引起了广泛关注, 因此准确、高效的分析方法变得至关重要。样品前处理作为分析过程中的关键步骤之一, 可以显著提高分析的灵敏度和准确性。本研究通过回顾现有的文献, 总结了样品前处理方法的不同类型, 包括固相萃取、液液萃取和前浓缩技术等。此外, ICP-MS 作为一种高灵敏度和高选择性的仪器, 被广泛用于重金属元素的定量分析。论文详细介绍了 ICP-MS 的原理和工作机制, 并讨论了其在不同样品矩阵中的应用。通过这些信息, 本研究旨在为研究人员提供有关重金属元素分析的最新进展和方法选择的参考。

关键词

重金属元素; 样品前处理; 电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS); 分析方法; 分析灵敏度

1 引言

重金属元素在自然界中广泛存在, 其积累与人类健康和环境质量密切相关。由于其毒性和潜在危害, 对重金属元素的准确分析和监测已成为科学研究和环境管理的关键任务。因此, 开发高效、精确的分析方法至关重要, 以满足不断增加的分析需求。样品前处理与电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 联用技术已成为重金属元素分析领域的研究热点, 为提高分析的灵敏度、准确性和选择性提供了强大的工具。然而, 重金属元素分析仍然面临诸多挑战, 包括不同样品矩

阵的复杂性、痕量水平的检测需求以及分析方法的高通量要求。论文旨在探讨如何通过样品前处理方法 (如固相萃取、液液萃取和前浓缩技术) 与 ICP-MS 联用技术, 克服这些挑战, 实现对重金属元素的高效、精确分析。

2 样品前处理方法

2.1 固相萃取

原理: 固相萃取是一种分离和富集目标分析物的样品前处理方法。其原理基于分子间吸附和分配均衡。在固相萃取中, 通常使用具有高吸附性能的固相材料 (如固相萃取柱或固相微粒) 来吸附重金属元素。样品通过固相材料时, 目标分析物被固定在固相上, 而其他干扰物质被排除。然后, 洗脱溶液用于将目标分析物从固相上洗出, 以进行后续的

【作者简介】祁晓晓 (1992-), 女, 中国浙江嘉兴人, 本科, 工程师, 从事环境检测研究。

分析。

应用案例：①水样中重金属元素富集：在环境监测中，固相萃取常用于富集水样中的重金属元素。例如，使用合适的固相萃取柱可以有效地富集地下水中的镉、铬等重金属元素。②生物样品中的金属分析：固相萃取也可用于富集生物样品（如血液、尿液）中的重金属元素，以检测生物监测中的金属暴露水平。

2.2 液液萃取

原理：液液萃取是一种样品前处理方法，基于不同化合物在不同溶剂中的分配行为。通常，一个有机溶剂（萃取剂）与样品混合，以选择性地目标分析物从样品中分离出来。重金属元素在有机溶剂和水之间的分配系数决定了萃取效率。

应用案例：①矿石中的金属提取：液液萃取广泛用于从矿石中提取金属^[1]。例如，萃取剂通常用于从铜矿中分离出铜。②环境样品中的金属富集：在环境样品分析中，液液萃取可用于富集土壤或废水中的重金属元素，以进行后续的测量。其中，表 1 为不同样品前处理方法与 ICP-MS 性能比较。

表 1 不同样品前处理方法与 ICP-MS 性能比较

样品前处理方法	灵敏度	选择性	检测限	应用领域
固相萃取	高	高	低	地下水中重金属元素分析、生物样品分析
液液萃取	中	中	中	土壤中重金属元素分析、食品安全检测
前浓缩技术	高	高	非常低	水样中有机物负载的金属元素分析、材料分析

2.3 前浓缩技术

原理：前浓缩技术旨在将样品中的目标分析物富集到一个较小的体积中，以提高灵敏度。这通常通过萃取、萃取浓缩、气相萃取等方法来实现。前浓缩技术的选择取决于样品类型和分析目标。

应用案例：①气相色谱前浓缩：前浓缩技术在气相色谱-质谱联用中广泛应用。例如，使用气相色谱前浓缩可以提高挥发性有机化合物和金属元素的检测限。②生物样品的前处理：前浓缩技术也可用于生物样品（如血清或尿液）中的金属元素富集，以提高分析的灵敏度。通过这些样品前处理方法，研究人员能够有效地富集和准确测量重金属元素，从而满足了环境、生物和工业样品中重金属元素分析的要求。

3 ICP-MS 技术概述

3.1 原理和工作机制

ICP-MS 的工作原理基于电感耦合等离子体（ICP）和质谱仪的结合。ICP 是一种高温等离子体，由氩气中的电子轰击产生，将样品中的原子离子化。这些离子进一步通过一

系列的激发态、电离态和质谱分析器分离和检测。

①离子化：在 ICP 中，样品被喷入高温等离子体中，其中原子被离子化并形成正离子^[2]。

②质谱分析器：ICP-MS 通常使用四级杆质谱仪，包括前级杆、反应杆、电子倍增器和检测器。前级杆用于选择性地过滤出特定质量/电荷比（ m/z ）的离子。反应杆用于减少同位素的干扰，提高选择性。

③检测：离子被引导到电子倍增器中进行放大，然后转化为电流信号，用于检测和计数。每个离子的计数用于确定其浓度。

3.2 仪器性能

ICP-MS 在性能方面具有多个优势：①高灵敏度：ICP-MS 可以检测低至 ppq（ 10^{-15} ）水平的金属元素浓度，适用于分析高灵敏度要求的样品。②高选择性：通过选择性的质谱分析，ICP-MS 可以准确区分同位素和元素之间的干扰。③宽线性范围：ICP-MS 具有宽范围的线性响应，使其适用于多种浓度水平的分析。④高样品通量：快速扫描速度和高样品通量使 ICP-MS 适用于高通量分析。

3.3 适用性和灵敏度

ICP-MS 广泛应用于各个领域：①环境监测：ICP-MS 可用于分析地球、水体和大气中的重金属元素，以监测环境污染和资源探测。②生命科学：在生物样品中，ICP-MS 可用于测量微量元素，如铁、锌和铜，以研究生物学过程和疾病机制。③食品安全：ICP-MS 可用于检测食品中的有害元素，如铅、镉和汞，以确保食品安全。④材料分析：在材料科学中，ICP-MS 可用于分析金属合金和半导体中的杂质元素。ICP-MS 的高灵敏度和选择性使其成为重金属元素分析的首选工具之一。它的应用范围广泛，对于解决环境、健康和工业领域的问题至关重要。

4 样品前处理与 ICP-MS 联用技术的应用

4.1 固相萃取与 ICP-MS 联用

方法描述：固相萃取与 ICP-MS 联用技术通常包括多个关键步骤，以确保重金属元素的有效富集和精确测定：①样品预处理：首先，样品需要经过适当的预处理步骤，如酸溶解或加热，以确保重金属元素可溶于分析液中。②固相萃取：样品通过装有特定固相材料的固相萃取柱，如离子交换树脂、氧化铁或有机吸附剂。在这个步骤中，目标重金属元素会与固相材料发生吸附或离子交换，而干扰物质则被排除。③洗脱：使用适当的洗脱溶液，将固相材料上吸附的重金属元素洗脱出来，通常使用稀释酸来实现。④ICP-MS 分析：洗脱液中的重金属元素通过 ICP-MS 进行精确分析，包括定量和定性测定。

应用案例：以地下水中镉的测定为例，在环境监测中，地下水中重金属元素的测定对于地下水质量的评估至关重要。一项研究收集了不同地点的地下水样品，并使用固相萃

取柱（装有合适的树脂）进行样品前处理，以富集地下水中的镉元素。随后，通过 ICP-MS 对洗脱液中的镉浓度进行了测定。这种方法不仅提供了对地下水中镉浓度的精确测定，还为地下水质量监测提供了有力支持。

4.2 液液萃取与 ICP-MS 联用

方法描述：液液萃取与 ICP-MS 联用通常包括以下关键步骤：①样品处理：先让样品中的重金属元素需要经过适当的前处理步骤，如酸溶解或样品稀释，以准备进行分析。②液液萃取：在这一步骤中，使用具有高选择性的有机溶剂，将重金属元素从水相中分离出来。选择合适的有机溶剂对于分离效率至关重要。③分析：富集后的有机相中的重金属元素通过 ICP-MS 进行定量分析，包括测定不同重金属元素的浓度和同位素比值。

应用案例：以土壤中汞的测定为例，土壤中汞的测定对于环境监测和生态系统研究至关重要。一项研究采集了不同地点的土壤样品，并使用液液萃取方法将土壤中的汞提取到有机相中。随后，研究人员通过 ICP-MS 测定有机相中的汞浓度。这种方法具有高度选择性，可用于汞在土壤中的定量分析，为环境监测提供了重要的数据。

4.3 前浓缩技术与 ICP-MS 联用

方法描述：前浓缩技术与 ICP-MS 联用通常包括以下步骤：①样品处理：样品需要经过适当的前处理步骤，如酸溶解或样品稀释，以准备进行分析。②前浓缩：这一步骤使用前浓缩方法，如液体 - 液体微萃取、气相色谱前浓缩等，将重金属元素富集到较小的体积中，从而提高了灵敏度和检测限。③ ICP-MS 分析：富集后的样品通过 ICP-MS 进行定量分析，包括测定不同重金属元素的浓度和同位素比值^[3]。

应用案例：以水样中有机物负载的金属元素分析为例，在研究中研究人员采集了水样中的有机物负载的金属元素样品，其中包含微量金属元素。为了提高分析的灵敏度和选择性，他们采用了气相色谱前浓缩技术，将金属元素富集到气相色谱柱上。随后，通过 ICP-MS 对有机相中的金属元素进行了定量分析。这种方法允许高效地测定水样中的金属元

素，即使在有机物负载的情况下也能取得良好的灵敏度和选择性。其中，表 2 为样品前处理与 ICP-MS 联用技术应用案例摘要。

表 2 样品前处理与 ICP-MS 联用技术应用案例摘要

样品类型	样品前处理方法	ICP-MS 分析目标	主要结果
地下水	固相萃取	镉 (Cd)	成功检测到不同地下水样品中的极低浓度镉，提供了地下水质量监测支持
土壤	液液萃取	汞 (Hg)	汞在不同土壤样品中的精确测定，为环境监测提供了重要数据
水样 (有机负载)	前浓缩技术	金属元素混合物	在水样中成功富集金属元素，为有机物负载的金属元素分析提供了有效方法
生物样品	固相萃取	铅 (Pb)	生物样品中铅的高灵敏度分析，用于生物监测和健康研究

5 结语

在重金属元素分析领域，样品前处理与 ICP-MS 联用技术的应用为提供了强大的工具，以解决环境、生物、食品和材料等多个领域中的挑战。通过固相萃取、液液萃取和前浓缩技术等方法，能够有效地富集和精确测定微量的重金属元素，无论是在地下水、土壤、生物样品还是有机负载的情况下。ICP-MS 的高灵敏度、高选择性和广泛的适用性使其成为理想的分析工具，有助于深入了解重金属元素的存在和分布。

参考文献

[1] 王树加,陈佩丽,陈晓丽,等.垃圾干燥基重金属的微波消解-电感耦合等离子体质谱测定法[J/OL].环境与健康杂志,2023(9):1-5.

[2] 于勇,朱日龙,于磊,等.不同样品前处理技术对同时测定土壤中铈和铈的影响[J].分析科学学报,2021,37(2):193-198.

[3] 黎阳.样品前处理技术与ICP-MS联用检测环境中的痕量金属元素[D].武汉:中南民族大学,2021.