

ICPMS-2030 系列测定沉积物中锂、铈、锡、铋元素含量

ICPMS-189

摘要：本文参考标准《DB32/T 4032-2021 土壤和沉积物 锂、铈、锡、铋的测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定沉积物标准物质 GBW07303a (GSD-3a) 中的锂、铈、锡、铋元素的含量。实验结果表明，该方法灵敏度高，精密度高，定量准确，可满足土壤和沉积物中锂、铈、锡、铋元素含量的测定要求。

关键词：土壤 沉积物 ICPMS-2030 系列 金属元素

近年来，我国人口数量、工业化程度以及人们的生活质量都得到了快速提升，但是这也导致了大量工业污染物出现，比如：金属矿山开采尾矿堆积、工业废弃物、污水排放、污水农业灌溉等从而造成了土壤和沉积物不同程度污染的情况。土壤与沉积物的污染，进而可能污染到一些农产品，引发食品安全问题。因此，准确测定土壤和沉积物中的锂、铈、锡、铋含量，对于提高监测土壤质量的能力，有效监控污染状况，显得极其重要。为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护生态环境，保障人体健康，提高生态环境管理水平，规范生态环境监测工作，江苏省地方标准《土壤

和沉积物 锂、铈、锡、铋的测定 电感耦合等离子体质谱法》发布，该标准规定了测定土壤和沉积物中锂、铈、锡和铋的电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS），适用于土壤和沉积物中锂、铈、锡和铋的测定。ICP-MS 用于痕量金属元素分析，具有灵敏度高、准确度高、线性范围宽、测试速度快、可同时测定多元素等优点。

本文参考《DB32/T 4032-2021 土壤和沉积物 锂、铈、锡、铋的测定 电感耦合等离子体质谱法》，采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定了沉积物标准样品 GBW07303a 中的 4 种金属元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

采用岛津专有的 Mini 炬管，ICP-MS 仪器在总氦气消耗量为 9.80L/min 条件下稳定运行；待机状态时，高频输出被切换到 Eco 模式（等离子气 5L/min），启动样品分析后可立即切换到分析模式。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	8.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

1.3 实验器皿及试剂

实验所用的消解管及玻璃器皿均使用硝酸溶液（1+4）浸泡 24 小时后，用超纯水冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO₃、HCl、HClO₄ 和 HF 均为优级纯或更高纯度试剂，实验用水为超纯水。

■ 样品前处理

准确称取 0.1 g（精确至 0.1 mg）的待测样品于聚四氟乙烯消解管中，用水润湿后依次加入 4 mL 氢氟酸、6 mL 硝酸和 1 mL 高氯酸，于通风橱内石墨电热消解仪上 120 °C 加热 90 min、140 °C 加热 60 min，稍冷，加入 2 mL 氢氟酸和 2 mL 硝酸于 160 °C 石墨电热消解仪中消解至内容物呈不流动的液珠状。再加入 1 mL 盐酸溶液（1+5），温热溶解可溶性残渣，全部转移至 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（2+98）定容至刻度，混匀。静置后，取上清液进行测定。同法制备样品空白。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线溶液配制

用硝酸溶液（2+98）将 4 种单元素标准储备液配制成多元素混合标准使用液，再稀释配制成混合标准溶液序列，标准溶液浓度见表 2。

表 2 混合标准曲线各元素浓度

元素	内标元素	浓度 (μg/L)							
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
²⁰⁹ Bi	¹⁹³ Ir	0	0.25	0.5	1	2	--	4	--
⁷ Li	¹¹⁵ In	0	10	20	40	--	120	--	200
⁹³ Nb	¹⁰³ Rh	0	10	20	40	80	120	--	--
¹¹⁸ Sn	¹⁰³ Rh	0	--	2	4	8	12	--	20

内标元素 ¹⁰³Rh、¹¹⁵In 和 ¹⁹³Ir 浓度均为 50 μg/L，采用内标组件在线加入。

3.2 元素标准曲线

各元素标准曲线见图 1- 图 4。

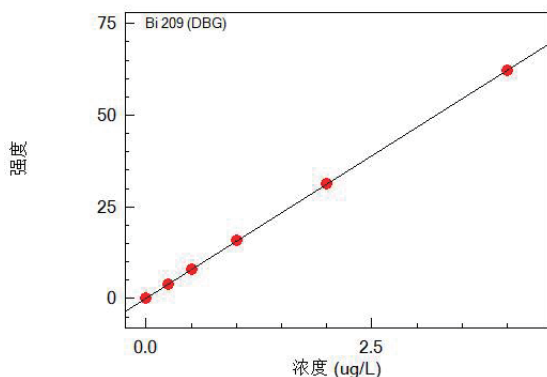


图 1 Bi 元素标准曲线图 (r=0.99999)

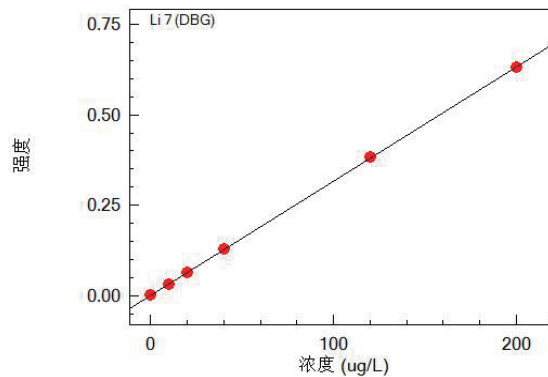


图 2 Li 元素标准曲线图 (r=0.99998)

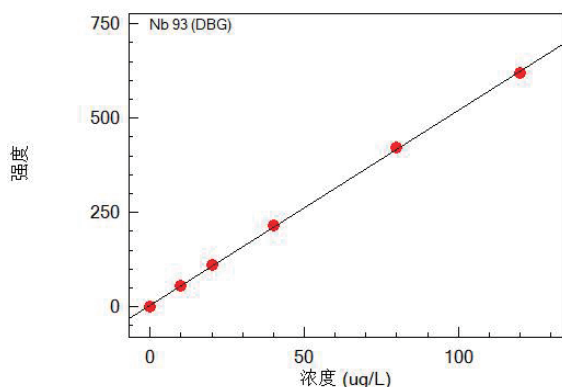


图 3 Nb 元素标准曲线图 (r=0.99981)

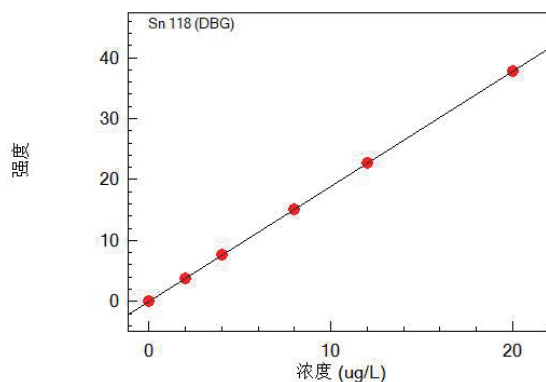


图 4 Sn 元素标准曲线图 (r=1.00000)

3.3 检出限

对样品空白进行 11 次测定, 按照样品称样量 0.1 g, 定容体积 50 mL, 依据 HJ 168-2010《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》中检出限计算公式 $MDL=t_{(n-1,0.99)} \times S$ 计算各元素的方法检出限。实验结果见表 3。

表 3 方法检出限和定量下限

元素	质量数	方法检出限 (mg/kg)	定量下限 (mg/kg)	DB32/T 4032-2021 要求检出限 (mg/kg)	DB32/T 4032-2021 要求定量下限 (mg/kg)
Bi	209	1.65×10^{-4}	6.58×10^{-4}	0.04	0.16
Li	7	0.165	0.661	0.4	1.6
Nb	93	3.03×10^{-3}	1.21×10^{-2}	0.1	0.4
Sn	118	8.90×10^{-4}	3.56×10^{-3}	0.2	0.8

3.4 样品测定结果

使用 ICPMS-2030 系列直接测定沉积物标准物质 GBW07303a (GSD-3a) 中的 4 种金属元素的含量。实验结果见表 4。

表 4 样品测定结果

元素	测定浓度 (μg/L)	测定结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	平行样 RSD (% , n=2)	精密度 (% , n=6)
Bi	1.38	0.69	0.68±0.03	1.02	0.61
Li	65.6	32.8	35±3	0.43	2.45
Nb	43.5	21.8	21±1	0.65	0.75
Sn	8.24	4.12	4.1±0.4	1.03	2.39

■ 结论

使用 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了沉积物标准物质 GBW07303a (GSD-3a) 中的 Bi、Li、Nb、Sn 金属元素含量, 分析结果与标准值吻合。该方法具有灵敏度高、检出限低、精密度高、分析速度快、操作简单、可行度高等特点, 可实现土壤和沉积物中 4 种元素同时准确测定。

岛津应用云

