

# ICP-MS 测定土壤中钡和锡的含量

## ICPMS-246

**摘要：**参考 DB13/T 5926-2024《土壤和沉积物 锡、钡的测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2040LF 型电感耦合等离子体质谱仪测定了土壤中标准物质 GBW07403(GSS-3)和 GBW07419 中钡和锡的含量。分析结果显示，质控样品测定值与理论值吻合，方法精密度 RSD 值小于 3.00% (n=6)，内标回收率在 80%-110% 之间 (4h)。该方法定量准确，线性范围宽，可满足批量土壤样品中的钡和锡元素分析。

**关键词：**ICP-MS 土壤 钡 锡

### 技术特点：

- ❖ 低运行成本，通过使用 Mini 炬管，低氦气消耗条件即可获得准确的定量分析结果。
- ❖ 稳定性好，可实现批量土壤样品的元素分析。

土壤和沉积物是地球表面重要的自然存储介质，它们对于环境污染的积累、迁移和归趋具有重要的意义。钡元素 (Ba)、锡元素 (Sn) 是广泛存在于自然界的重要元素，其中钡元素主要来源包括火山喷发、矿床、锆石、硫酸钡沉淀等。钡元素在土壤中的分布对环境和生态系统稳定具有重要影响。锡元素的来源主要包括地质、矿床、冶炼废渣等，锡元素对生物和环境有潜在的毒性影响。因此准确测定土壤和沉积物中钡元素和锡元素含量对于环境监测和评价具有

重要意义。

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 具有方法简单、快捷、灵敏度高、准确性好、线性范围宽、可实现多元素同时分析的特点。

本文参考 DB13/T 5926-2024《土壤和沉积物 锡、钡的测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2040LF 型电感耦合等离子体质谱仪测定了土壤中标准物质 GBW07403 (GSS-3) 和 GBW07419 中钡和锡的含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器配置

表 1 ICP-MS 仪器配置

仪器	:	ICPMS-2040 LF
雾化器	:	同心雾化器
雾化室	:	旋流雾化室
炬管	:	Mini 炬管
采样锥	:	镍锥
截取锥	:	镍锥
内标元素加入方法	:	内标组件

### 1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

表 2 ICP-MS 分析条件

高频功率	:	1.20 kW	雾化室温度	:	5°C
等离子体气流速	:	9.0 L/min	池气体	:	He
辅助气流速	:	1.10 L/min	气体流速	:	6 mL/min
载气流速	:	0.70 L/min	池电压	:	-40 V
稀释气	:	0.20 L/min	能量过滤器电压	:	7.0 V
采样深度	:	8.0 mm	泵速	:	10 rpm

### 1.3 样品前处理

称取 0.20 g (精确至 0.0001 g) 样品于聚四氟乙烯消解管中, 沿内壁加入 5 mL 氢氟酸和 2 mL 高氯酸, 使样品和消解液充分混匀, 浸泡 3~4 h。加入 2 mL 盐酸和 5 mL 硝酸, 混匀密闭置于通风厨内的电热板上, 160°C 维持 1 h。升温至 200°C, 敞口消解 1 h, 加入 5 mL 硝酸溶液, 余温至消解液澄清, 近干。冷却后, 用 2% 硝酸冲洗内壁, 转移并定容至 50 mL 容量瓶, 待测。同法制样品空白。样品中待测元素浓度超出线性时, 样品用 2% 硝酸溶液稀释合适倍数后上机测试。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 溶液配制

标准溶液: 使用 2% HNO<sub>3</sub> 配制 Ba 和 Sn 混合标准溶液, 标准溶液浓度见表 3。

内标溶液: 用 2% 硝酸溶液配制 In 和 Rh 混合内标溶液, 用内标组件在线加入。

表 3 标准溶液系列 (μg/L)

元素	标准溶液浓度 (μg/L)						
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ba	0	25.0	50.0	100	250	500	1000
Sn	0	1.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100

### 2.2 标准曲线

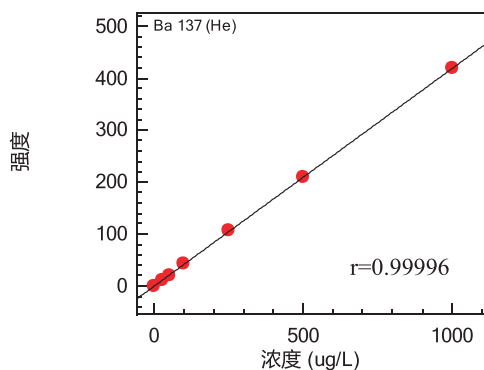


图 1 Ba 元素标准曲线

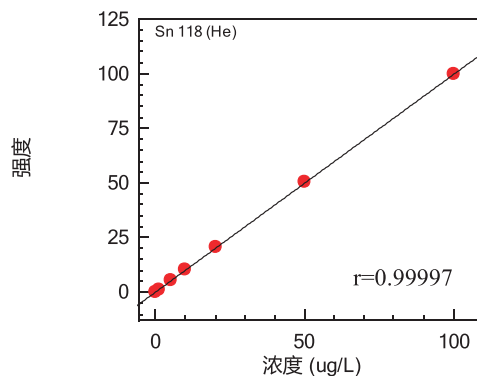


图 2 Sn 元素标准曲线

### 2.3 检出限考察

对样品空白进行 11 次测定, 以 3 倍样品强度标准偏差 (SD) 除以斜率 (k), 按照样品称样量 0.2 g, 定容体积 50 mL 及稀释倍数, 计算 Ba 和 Sn 的方法检出限。实验结果见表 4。

表 4 方法检出限和方法定量限

分析元素	池气体	内标元素	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
<sup>137</sup> Ba	He	<sup>103</sup> Rh	0.075	0.25
<sup>118</sup> Sn	He	<sup>103</sup> Rh	0.004	0.02

## 2.4 样品分析结果及准确度考察

按照方法对土壤中标准物质 GBW07403 (GSS-3) 和 GBW07419 中钡和锡的含量, 实验结果见表 5。

表 5 土壤分析结果

元素	GBW07403 (GSS-3)				GBW07419			
	测定浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%,n=6)	测定结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	测定浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%,n=6)	测定结果 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)
$^{137}\text{Ba}$	477.5	0.54	1160	1210 $\pm$ 110	923	0.73	471	469 $\pm$ 23
$^{118}\text{Sn}$	10.2	1.42	2.48	2.5 $\pm$ 0.4	11.8	2.06	2.85	2.9 $\pm$ 0.6

## 2.5 内标稳定性考察

按照实验方法进行连续 4 小时测试, 内标回收率在 80%~110% 之间。

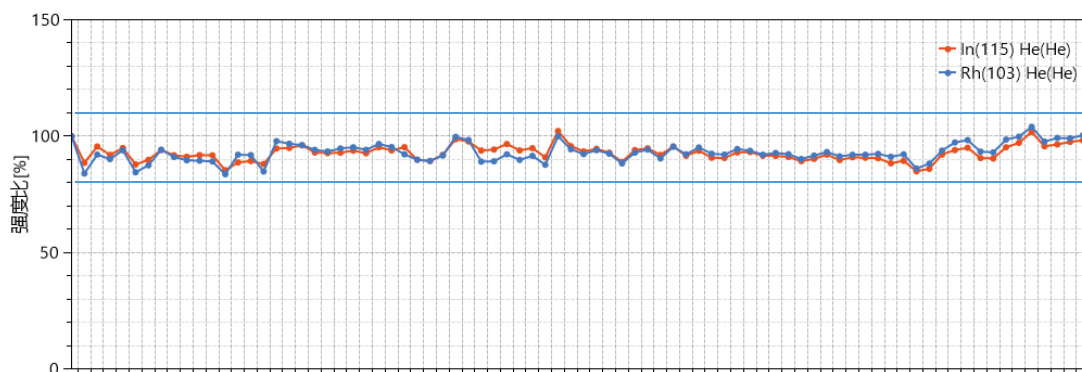


图 3 4 小时内标回收率

## ■ 结论

本文参考 DB13/T 5926-2024《土壤和沉积物 锡、钡的测定 电感耦合等离子体质谱法》, 使用岛津 ICPMS-2040LF 型电感耦合等离子体质谱仪建立了土壤中钡和锡含量分析的方法。该方法准确度高, 检出限低, 稳定性好, 适用于批量土壤中钡和锡元素的含量分析。