

ICPMS-2030 对土壤沉积物中多种金属元素总量的测定

ICPMS-139

摘要：参考《土壤和沉积物 金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法 (征求意见稿)》，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定土壤标准物质 GBW07406 (GSS-6) 中的多种元素的含量。实验结果表明，该方法灵敏度高，定量准确，可满足土壤中多种元素含量的测定要求。

关键词：土壤 沉积物 ICPMS-2030 金属元素

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，生态环境部发布了《土壤和沉积物 金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法 (征求意见稿)》国家环境保护标准。该标准规定了测定土壤和沉积物中 21 种金属元素总量的电感耦合等离子体质谱法，为首次发布。标准适用于土壤和沉积物中银 (Ag)、砷 (As)、钡 (Ba)、铍 (Be)、铋 (Bi)、镉 (Cd)、铬 (Cr)、钴 (Co)、铜 (Cu)、锂 (Li)、锰 (Mn)、钼 (Mo)、镍 (Ni)、锑 (Sb)、锶 (Sr)、铅 (Pb)、钍 (Th)、铀 (U)、钒 (V) 和锌 (Zn) 21 种金属元素的测定。土壤中

金属元素含量的准确测定，对土壤质量的监控及土壤环境的再修复有着重要的实际意义，因此国家卫生部和环境保护部不断发布新标准持续完善和规范土壤中重金属的检测方法。ICP-MS 用于痕量金属元素分析，具有灵敏度高、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《土壤和沉积物 金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法 (征求意见稿)》采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了土壤标准样品 GBW07406 中的多种金属元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 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。

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

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用超纯冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO₃、HCl、HClO₄ 和 HF 均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

■ 样品前处理

称取 0.2 g (精确至 0.0001g) 试样于 50 mL 聚四氟乙烯坩锅中, 沿内壁滴入少许试验用水润湿, 加入 10 mL 盐酸, 盖上表面皿, 放入通风橱中电热板低温加热, 待蒸发至剩余约 5 mL 时, 取下稍冷, 加入 15 mL 硝酸, 中温加热至棕色烟明显减少, 加入 5 mL 氢氟酸继续加热, 加热过程中摇动坩锅以达到良好的飞硅效果。最后加入 1 mL 高氯酸, 高温加热至冒白烟并蒸至白烟几乎冒尽, 内容物呈不流动状, 用 2% 硝酸 (V/V) 冲洗内壁及表面皿, 温热溶解残渣, 冷却后, 用 2% 硝酸 (V/V) 定容至 50 mL。同法做样品空白。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线溶液配制

用 2% HNO₃ (V/V) 将多元素混合溶液稀释配制成混合标准溶液序列。

Ag、As、Be、Bi、Cd、Cr、Co、Cu、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Tl、U、V 和 Zn 混合标准溶液浓度为: 0、0.5、1、5、10、50、100、500 μg/L; Sb、Sn、Mo 混合标准溶液浓度为: 0、0.5、1、5、10、50、91 μg/L。内标元素为 ¹⁰³Rh 和 ¹⁸⁵Re, 浓度均为 100 μg/L。

3.2 部分元素标准曲线如下:

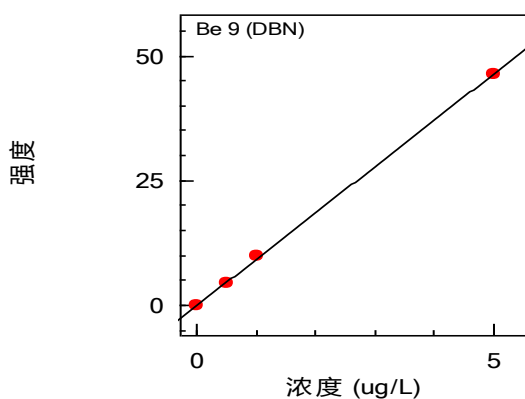


图 1 Be 元素的标准曲线图 r=0.99994

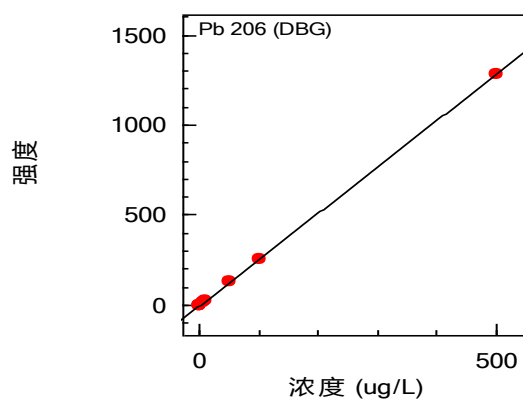


图 2 As 元素的标准曲线图 r=0.99999

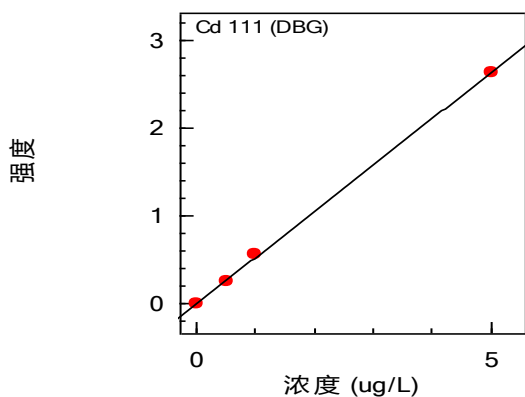


图 3 Cd 元素的标准曲线图 r=0.99992

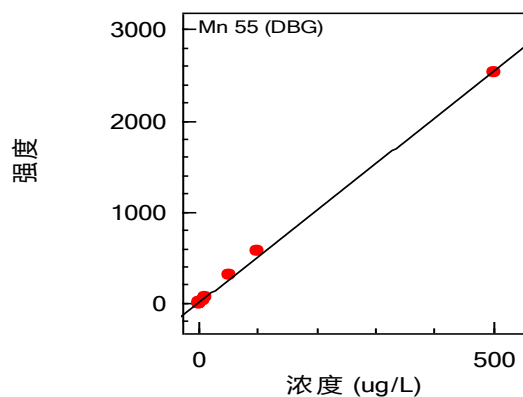


图 4 Mn 元素的标准曲线图 r=0.99951

3.3 检出限及测定结果

使用 ICPMS-2030 直接测定土壤成分分析标准物质 GBW07406 (GSS-6) 中的 19 种金属元素的含量。对样品空白进行 11 次测定, 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 $MDL=t(n-1,0.99)*S$ 计算各元素的方法检出限。实验结果见表 1。

表 1 检出限及测定结果

No.	方法检出限 (mg/kg)	定量下限 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	测定结果 (mg/kg)	RSD (%) (n=3)
¹⁰⁹ Ag	0.004	0.015	0.2±0.02	0.21	1.53
⁷⁵ As	0.009	0.029	220±14	228	0.52
⁹ Be*	0.002	0.006	4.4±0.7	4.5	3.73
²⁰⁹ Bi	0.0005	0.002	49±5	44	1.37
¹¹¹ Cd	0.002	0.005	0.13±0.03	0.12	4.10
⁵⁹ Co	0.002	0.006	7.6±1.1	6.7	0.14
⁵² Cr	0.007	0.024	75±6	79	0.71
⁶³ Cu	0.009	0.028	390±14	381	0.87
⁷ Li*	0.02	0.07	36±1	37	1.22
⁵⁵ Mn	0.02	0.07	1450±82	1410	1.39
⁹⁸ Mo	0.002	0.006	18±2	20	0.25
⁶⁰ Ni	0.05	0.18	53±4	52	1.20
¹²¹ Sb	0.14	0.47	60±7	67	0.69
¹¹⁸ Sn	0.05	0.15	72±7	70	0.14
²⁰⁶ Pb	0.003	0.009	314±13	303	0.57
²⁰⁵ Tl	0.0002	0.0007	2.4±0.5	2.4	0.85
²³⁸ U	0.0002	0.0008	6.7±0.7	6.4	1.6
⁵¹ V	0.005	0.018	130±7	131	0.72
⁶⁶ Zn	0.14	0.47	97±6	95	0.87

注: * 为标准分析模式

■ 结论

使用 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了土壤成分分析标准样品 GBW07406 (GSS-6) 中的 As、Ag、Be、Bi、Cd、Cr、Cu、Ni、Mn、Mo、Pb、Tl 和 Zn 等 19 种金属元素含量, 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, 可实现多种元素同时准确测定。

岛津应用云

