

微波消解-ICPMS-2050LF 测定土壤和沉积物中 19 种元素含量

ICPMS-227

摘要：本文参考标准《土壤和沉积物 19 种金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（HJ1315-2023），使用岛津 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪测定土壤标准物质 GBW07402 (GSS-2) 和 GBW07404 (GSS-4) 中 19 种元素的含量。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 19 种元素含量的测定要求。

关键词：ICPMS-2050LF 土壤和沉积物 元素

技术特点：

- ❖ 采用 He 碰撞模式、稀释气功能、参数优化相结合，测试准确度高、稳定性好。
- ❖ ICPMS-2050LF 对目标元素测试结果均符合土壤标准物质标准值，满足标准测试要求。

土壤中的重金属元素对人类及其生态环境存在潜在的危害，其原因是环境条件的变化会改变与土壤结合的重金属元素的可迁移性，导致长期积累的重金属元素从土壤中释放出来，再次进入生态环境而造成二次污染，甚至通过食物链危害人类健康。因此，检测污染土壤中的重金属元素的含量是十分必要的。电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）因具

有快速、准确、高灵敏度、低检测限、宽动态范围、多元素同时分析等特点被广泛应用。

本文参考《土壤和沉积物 19 种金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（HJ 1315-2023），采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定了土壤和沉积物标准样品中 19 种金属元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2050LF 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	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.45 L/min
稀释气	0.40 L/min	采样锥 / 截取锥	镍
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	8.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-40 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 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 和 HF 均为优级纯或更高纯度试剂, 实验用水为超纯水。

■ 样品的前处理

准确称取 0.1 g (精确至 0.0001 g) 的待测样品于微波消解罐中, 用水润湿后依次加入 9 mL 硝酸、3 mL 盐酸, 盖上消解罐盖, 放入微波消解仪消解 (10 min 升至 140°C, 再用 10 min 升至 190°C, 保持 25 min)。消解结束后冷却至室温, 打开消解罐, 将消解罐内的内容物全部转移至聚四氟乙烯管中, 加入 2 mL 氢氟酸, 在 140°C 下加热至内容物呈不流动的粘稠状态, 再加入 1 mL 高氯酸, 180°C 加热至白烟几乎冒尽, 内容物呈粘稠状态。取下冷却, 用 1% HNO_3 温热溶解内容物, 全部转移至 50 mL 容量瓶中, 用 1% HNO_3 定容至刻度, 混匀待测。同法制备平行样品和样品空白。样品中待测元素浓度超出线性时, 样品用 1% 硝酸溶液稀释 10 倍后上机测试。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线溶液配制

用硝酸溶液 (1+99) 将 19 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 混合标准溶液各元素浓度

元素	内标元素	浓度 ($\mu\text{g/L}$)						
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
^{109}Ag	^{103}Rh	0	0.1	0.25	0.5	1	2.5	5
^{75}As	^{103}Rh	0	0.4	1	2	4	10	20
^{135}Ba	^{103}Rh	0	10	25	50	100	250	500
^9Be	^{103}Rh	0	0.4	1	2	4	10	20
^{209}Bi	^{185}Re	0	0.1	0.25	0.5	1	2.5	5
^{111}Cd	^{103}Rh	0	0.1	0.25	0.5	1	2.5	5
^{59}Co	^{103}Rh	0	4	10	20	40	100	200
^{52}Cr	^{103}Rh	0	5	12.5	25	50	125	250
^{63}Cu	^{103}Rh	0	4	10	20	40	100	200
^7Li	^{103}Rh	0	5	12.5	25	50	125	250
^{55}Mn	^{103}Rh	0	10	25	50	100	250	500
^{95}Mo	^{103}Rh	0	0.4	1	2	4	10	20
^{60}Ni	^{103}Rh	0	4	10	20	40	100	200
^{208}Pb	^{185}Re	0	0.4	1	2	4	10	20
^{121}Sb	^{103}Rh	0	0.4	1	2	4	10	20
^{88}Sr	^{103}Rh	0	2	5	10	20	50	100
^{205}Tl	^{185}Re	0	0.1	0.25	0.5	1	2.5	5
^{51}V	^{103}Rh	0	2	5	10	20	50	100
^{66}Zn	^{103}Rh	0	4	10	20	40	100	200

注: (1) 内标元素 ^{103}Rh 浓度为 500 $\mu\text{g/L}$ 、 ^{185}Re 浓度为 200 $\mu\text{g/L}$, 采用内标组件在线加入。

(2) Be、Li 元素采用 No Gas 模式, 其他元素均采用 He 碰撞模式。

3.2 元素标准曲线

各元素标准曲线见图 1，相关系数 r 均大于 0.9995。

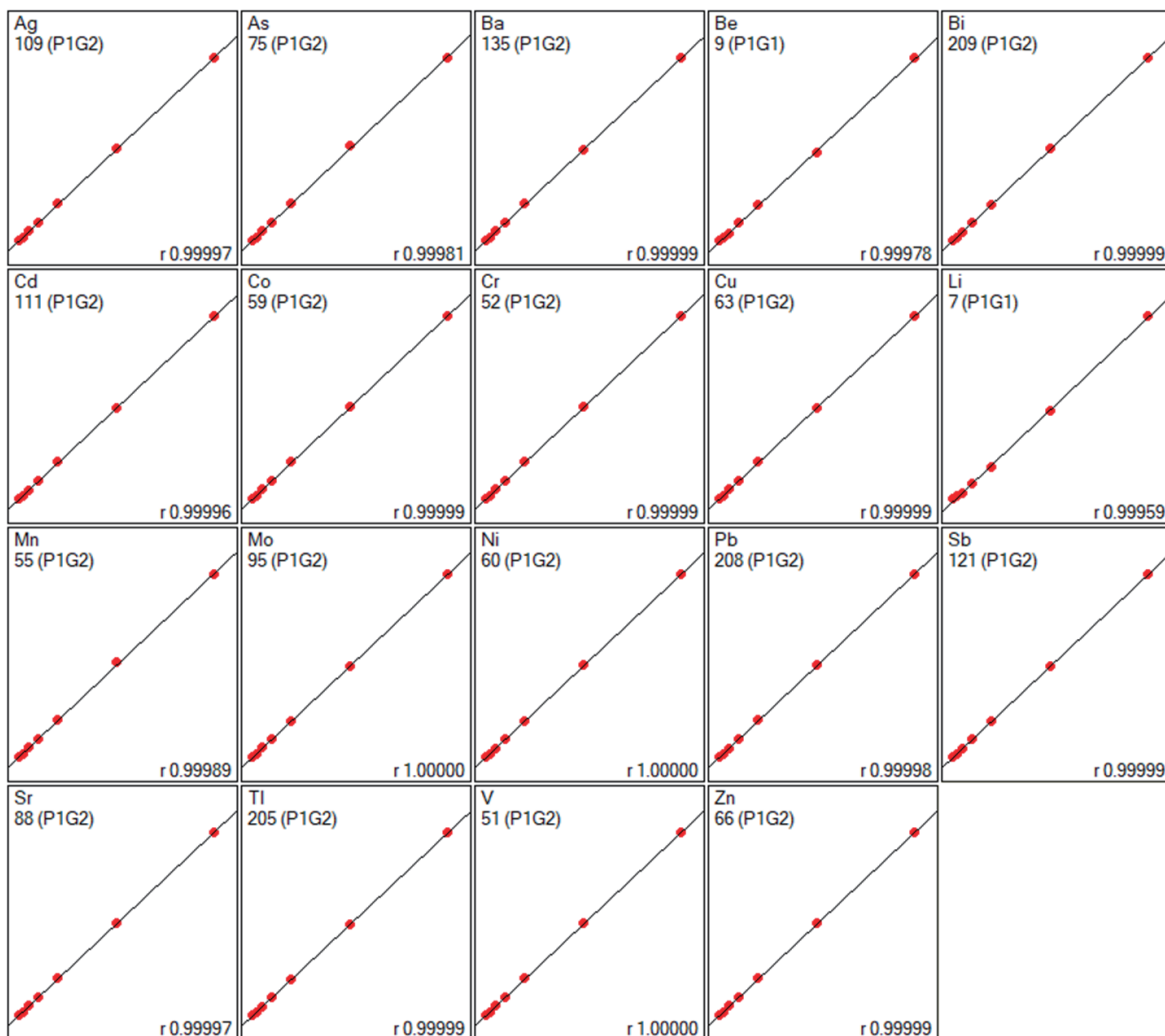


图 1 元素标准曲线图

3.3 检出限

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 0.1 g，定容体积 50 mL 计算各元素的方法检出限。实验结果见表 3。

表 3 检出限和定量限

元素	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	标准要求检出限 (mg/kg)	标准要求定量限 (mg/kg)
Ag	0.0006	0.0018	0.3	0.12
As	0.0055	0.0185	0.2	0.8
Ba	0.0062	0.0208	1	4

Be	0.0008	0.0027	0.02	0.08
Bi	0.0007	0.0022	0.1	0.4
Cd	0.0009	0.0031	0.03	0.12
Co	0.0006	0.0021	0.06	0.24
Cr	0.0038	0.0127	2	8
Cu	0.0026	0.0086	0.7	2.8
Li	0.0406	0.135	0.1	0.4
Mn	0.0033	0.0109	2	8
Mo	0.0025	0.0082	0.1	0.4
Ni	0.0081	0.0271	2	8
Pb	0.0003	0.0009	1	4
Sb	0.0010	0.0032	0.3	1.2
Sr	0.0018	0.0059	0.8	3.2
Tl	0.0001	0.0002	0.02	0.08
V	0.0022	0.0074	0.4	1.6
Zn	0.0258	0.0859	5	20

3.4 样品测定结果

使用 ICPMS-2050LF 测定土壤标准物质 GBW07402 (GSS-2) 和 GBW07404 (GSS-4) 中 19 种金属元素的含量。样品中待测元素浓度超出线性时，样品稀释 10 倍后上机测试。实验结果见表 4。

表 4 样品测试结果

元素	GBW07402 (GSS-2)				GBW07404 (GSS-4)			
	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)
Ag	0.0980	2.16	0.0490	0.054 \pm 0.007	0.130	0.55	0.0648	0.070 \pm 0.011
As	2.95	1.42	14.8	13.7 \pm 1.2	11.3	0.63	56.5	58 \pm 6
Ba	176	1.91	881	930 \pm 52	414	0.90	207	213 \pm 20
Be	3.77	0.38	1.89	1.8 \pm 0.2	3.40	1.27	1.70	1.85 \pm 0.34
Bi	0.766	0.46	0.383	0.38 \pm 0.04	2.32	0.00	1.16	1.04 \pm 0.13
Cd	0.146	1.72	0.0732	0.071 \pm 0.014	0.750	0.79	0.375	0.35 \pm 0.06
Co	17.4	0.01	8.70	8.7 \pm 0.9	40.0	0.52	20.0	22 \pm 2
Cr	92.2	0.13	46.1	47 \pm 4	74.2	1.45	371	370 \pm 16
Cu	32.1	0.83	16.0	16.3 \pm 0.9	74.9	0.52	37.5	40 \pm 3
Li	45.4	0.31	22.7	22 \pm 1	113	0.01	56.5	55 \pm 2
Mn	99.3	0.14	497	510 \pm 16	271	1.40	1353	1420 \pm 75
Mo	2.00	1.49	1.00	0.98 \pm 0.11	5.79	0.35	2.90	2.6 \pm 0.3
Ni	36.5	1.31	18.2	19.4 \pm 1.3	122	0.47	60.8	64 \pm 5

Pb	3.95	0.51	19.8	20±3	11.7	0.47	58.7	58±5
Sb	2.84	0.68	1.42	1.3±0.2	13.3	0.44	6.63	6.3±1.1
Sr	36.1	2.35	181	187±9	14.3	0.99	71.5	77±6
Tl	0.966	1.05	0.483	0.62±0.20	1.81	0.87	0.905	0.94±0.25
V	12.4	0.58	62.2	62±4	48.4	0.82	242	247±14
Zn	78.7	0.99	39.3	42±3	42.2	0.50	211	210±13

■ 结论

参考 GB/T 44343-2024 标准，使用 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪测定了土壤标准物质 GBW07402 (GSS-2) 和 GBW07404 (GSS-4) 中 22 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、操作简单等特点，可实现土壤中 22 种元素同时准确测定。

岛津应用云

