

酸溶-ICPMS-2050LF 测定土壤中 22 种元素含量

ICPMS-226

摘要： 本文参考国家标准《土壤质量 土壤中 22 种元素的测定 酸溶 - 电感耦合等离子体质谱法》（GB/T 44343-2024），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 22 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，可满足土壤中 22 种元素含量的测定要求。

关键词： ICPMS-2050LF 土壤 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，测试稳定性好、准确度高。
- ❖ ICPMS-2050LF 对待测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。

重金属作为一种持久有毒性的污染物，进入土壤环境后不能被微生物分解；相反，其可以通过各种途径进入人体，在人体内累积，直接对人体的健康造成危害。又因为土壤重金属污染有着对人体健康危害重、扩散范围广、持续时间长、污染隐蔽性高、难以被降解等特点，所以土壤重金属污染问题受到了社会的广泛关注。

电感耦合等离子体质谱仪具有线性范围宽、分析速度快、灵敏度高、可多元素同时测定等优点。

国家标准《土壤质量 土壤中 22 种元素的测定 酸溶 - 电感耦合等离子体质谱法》规定采用敞开条件下石墨消解仪加热，利用四酸（氢氟酸、硝酸、高氯酸和盐酸）消解方式，再利用电感耦合等离子体质谱仪进行检测。

本文参考《土壤质量 土壤中 22 种元素的测定 酸溶 - 电感耦合等离子体质谱法》（GB/T 44343-2024），采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定了土壤标准样品中 22 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 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。

■ 样品的前处理

准确称取 0.1 g（精确至 0.0001 g）的待测样品于聚四氟乙烯消解管中，用水润湿后依次加入 3 mL 硝酸、3 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸，于通风橱内石墨消解仪上 120°C 加热 30 min，再将温度提升至 140°C，加热 1 h，再将温度提升至 160°C，加热 2 h，待样品白烟冒尽，取下稍冷，再加入 2 mL 氢氟酸、0.5 mL 高氯酸、3 mL 硝酸，在 160°C 下加热 2 h，待所加酸液完全赶尽后加入 2 mL 硝酸溶液（1+1），温热溶解残渣，全部转移至 50 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻度，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 2% 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（2+98）将 22 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 (μg/L)						
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
⁷⁵ As	¹⁰³ Rh	0	0.4	1	2	4	10	20
¹³⁷ Ba	¹⁰³ Rh	0	10	25	50	100	250	500
⁹ Be	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
⁷ Li	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
⁴⁵ Sc	¹⁰³ Rh	0	5	12.5	25	50	125	250
⁸⁸ Sr	¹⁰³ Rh	0	2	5	10	20	50	100
²³² Th	¹⁸⁵ Re	0	2	5	10	20	50	100
²⁰⁵ Tl	¹⁸⁵ Re	0	0.1	0.25	0.5	1	2.5	5

^{238}U	^{185}Re	0	0.4	1	2	4	10	20
^{51}V	^{103}Rh	0	2	5	10	20	50	100
^{184}W	^{185}Re	0	1	2.5	5	10	25	50
^{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。

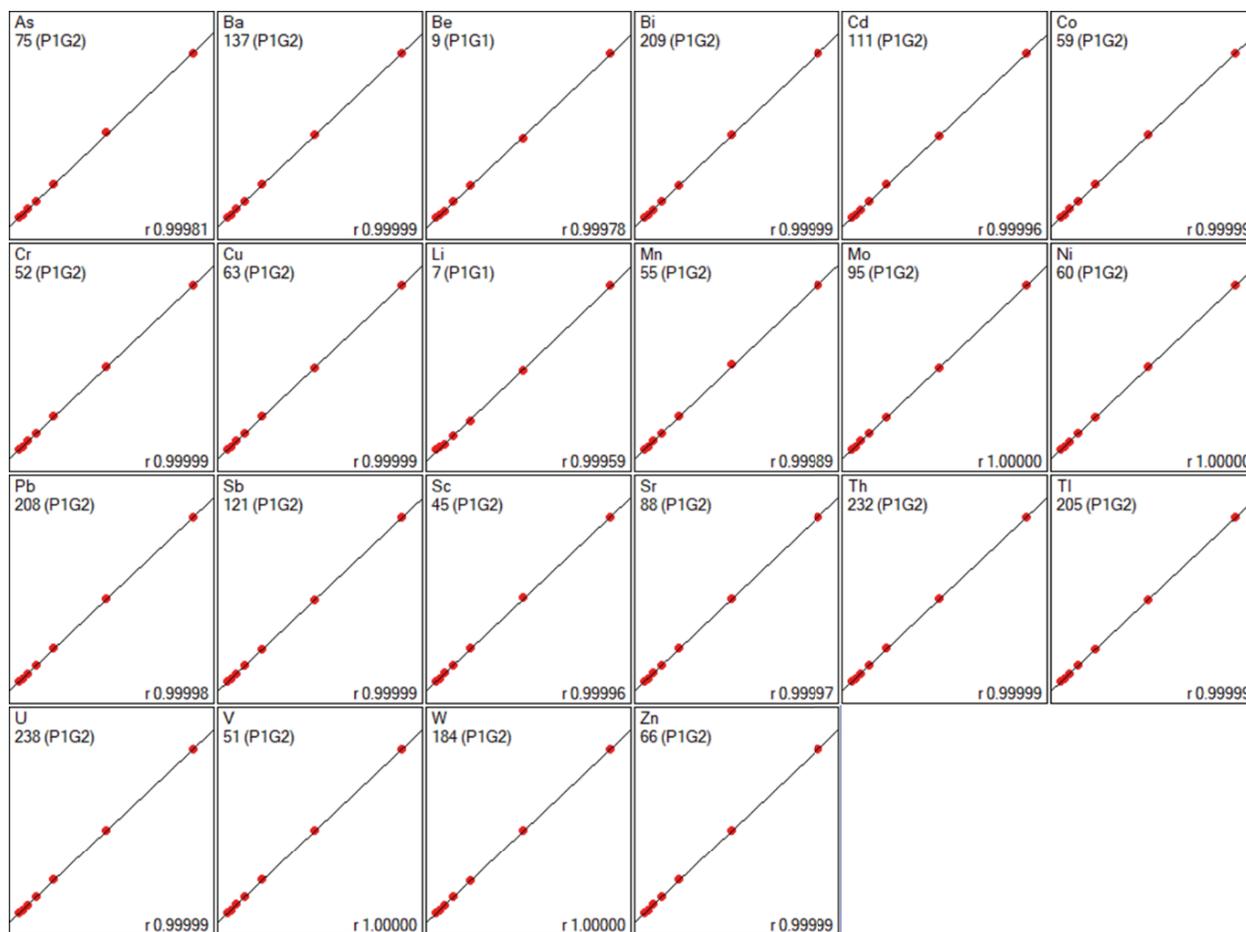


图 1 元素标准曲线图

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 $0.1\ \text{g}$ ，定容体积 $50\ \text{mL}$ 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)
As	0.006	0.019	0.302	1.21
Ba	0.004	0.014	1.64	6.56
Be	0.0008	0.003	0.001	0.002
Bi	0.0007	0.002	0.164	0.655
Cd	0.0009	0.003	0.014	0.056
Co	0.0006	0.002	0.001	0.004
Cr	0.004	0.013	1.67	6.66
Cu	0.003	0.009	0.547	2.19
Li	0.041	0.135	0.050	0.200
Mn	0.003	0.011	0.963	3.85
Mo	0.003	0.008	0.027	0.108
Ni	0.008	0.027	0.494	1.97
Pb	0.0003	0.0009	0.390	1.56
Sb	0.001	0.003	0.020	0.079
Sc	0.019	0.063	0.077	0.308
Sr	0.002	0.006	0.856	3.42
Th	0.0002	0.0005	0.001	0.005
Tl	0.0001	0.0002	0.003	0.014
U	0.0001	0.0002	0.263	1.05
V	0.002	0.007	0.050	0.200
W	0.030	0.101	0.039	0.157
Zn	0.026	0.086	1.79	7.18

3.4 样品测定结果

使用 ICPMS-2050LF 直接测定土壤标准物质 GBW07402 (GSS-2) 和 GBW07404 (GSS-4) 中 22 种金属元素的含量。样品中待测元素浓度超出线性时，样品用稀释 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)
As	2.93	1.89	14.7	13.7 \pm 1.2	11.3	1.23	56.3	58 \pm 6
Ba	177	1.61	886	930 \pm 52	419	0.86	209	213 \pm 20
Be	3.76	0.67	1.88	1.8 \pm 0.2	3.39	1.27	1.69	1.85 \pm 0.34

Bi	0.764	0.47	0.382	0.38±0.04	2.32	0.25	1.16	1.04±0.13
Cd	0.144	2.37	0.072	0.071±0.014	0.753	1.02	0.376	0.35±0.06
Co	17.5	0.66	8.73	8.7±0.9	40.3	1.08	20.2	22±2
Cr	92.2	0.13	46.1	47±4	71.5	1.30	357	370±16
Cu	31.1	0.83	15.5	16.3±0.9	74.7	0.52	37.4	40±3
Li	45.6	0.91	22.8	22±1	113	0.51	56.3	55±2
Mn	99.9	0.99	499	510±16	271	1.15	1353	1420±75
Mo	2.02	1.87	1.01	0.98±0.11	5.72	0.35	2.86	2.6±0.3
Ni	36.4	1.31	18.2	19.4±1.3	120	1.43	60.1	64±5
Pb	4.00	1.36	20.0	20±3	11.7	0.64	58.6	58±5
Sb	2.83	1.08	1.42	1.3±0.2	13.1	1.72	6.53	6.3±1.1
Sc	20.2	0.70	10.1	10.7±0.6	37.7	0.60	18.9	20±2
Sr	36.3	2.31	181	187±9	14.3	0.81	71.3	77±6
Th	33.0	1.71	16.5	16.6±0.8	54.0	0.59	27.0	27±2
Tl	0.963	1.18	0.482	0.62±0.20	1.82	1.03	0.908	0.94±0.25
U	2.51	1.90	1.25	1.4±0.3	11.8	1.45	5.92	6.7±0.8
V	12.2	0.58	60.9	62±4	48.6	1.40	243	247±14
W	1.90	0.80	0.952	1.08±0.22	11.9	0.78	5.92	6.2±0.5
Zn	78.4	0.94	39.2	42±3	42.2	0.41	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

