

ICPMS-2030 测定土壤中多种金属元素的含量

海南中环能检测技术有限公司 郑远伟（18289745183）

摘要: 使用岛津ICPMS-2030型电感耦合等离子体质谱仪测定土壤成分分析标准物质中的As、Co、Cr、Cu、Pb、V、Cd、Ni、Mn和Zn等10种金属元素含量，通过用样品加标回收率实验对方法进行了验证。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，线性范围宽，样品无需稀释即可同时准确测定，可满足土壤样品中10种金属元素高低含量的同时分析。

关键词: 土壤ICPMS-2030 金属元素

近年来，农业环境污染尤其是土壤重金属的污染问题日益成为全社会关注的焦点，对耕地上壤环境质量尤其是重金属含量的调查已成为迫不及待解决的问题，因此，准确测定土壤中的重金属含量，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。经过多年实验，ICPMS检测技术已经相当成熟，其检出限低，精密度高，线性范围宽，干扰少，可多元素同时测定，日益得到人们的青睐。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪，微波消解（莱伯泰科 ETHOSOP）

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用10%硝酸溶液浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用，实验所用的盐酸，高氯酸，硝酸为优级纯试剂，30%过氧化氢为分析纯。实验用水为娃哈哈牌矿泉水。

1.3 样品的制备

样品经风干后，用玛瑙研钵研磨样品并用0.149mm（80目）的筛筛分，取筛分后的的土壤样品，置于用干净的样品袋中，备用。

1.4 样品的前处理

准备称0.1~0.2g（准备至0.0001g），置于干净的消解罐中，加入1ml浓盐酸和4ml浓硝酸，1ml30%过氧化氢，将消解罐放入微波消解装置设定程序，使样品在10min内升高至175℃，并在175℃保持20min，冷却至室温，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，并150℃敞口赶酸，加热至近干，冷却至室温后，用去离子水溶解内容物，用过滤纸过滤残渣，然后将溶液转移至50ml容量瓶中，用去离子水清洗并定容至50ml。取上清液进行测定。

1.5 仪器参数

等离子体参数：

| | |
|------------------|-----------------|
| 高频功率：1.2KW | 炬管类型：mini炬管 |
| 雾化室：旋流雾室 | 雾化器：同心 |
| 等离子体气流量：8L / min | 辅助气流量：1.1L /min |
| 载气流量：0.7L/min | 采样深度：6.0mm |
| 雾化室温度：5℃ | 射频频率：27.12MHz |

碰撞池参数：

| | |
|-----------------|--------------|
| 碰撞气：He | 池电压：-21v |
| 碰撞气流速：6.0mL/min | 能量过滤器电压：7.0v |

2 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1%硝酸溶液的 Cd Co Cu Cr Mn Ni Pb Zn V 和 As 元素不同浓度标准溶液 50mL 容量瓶中，配制如下：

| 元素 | 质量数 | 相关系数 | STD1 ug/L | STD2 ug/L | STD3 ug/L | STD4 ug/L | STD5 ug/L | STD6 ug/L |
|----|-----|---------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| As | 75 | 0.99987 | 0 | 5 | 10 | 20 | 40 | 80 |
| Cd | 111 | 0.99989 | 0 | 1 | 5 | 10 | 20 | 40 |
| Co | 59 | 0.99958 | 0 | 10 | 20 | 40 | 80 | 160 |
| Cr | 52 | 0.99993 | 0 | 10 | 20 | 40 | 80 | 160 |
| Cu | 65 | 0.99944 | 0 | 20 | 40 | 80 | 160 | 320 |
| Mn | 55 | 0.99989 | 0 | 20 | 40 | 80 | 160 | 320 |
| Ni | 60 | 0.99993 | 0 | 10 | 20 | 40 | 80 | 160 |
| Pb | 206 | 0.99955 | 0 | 10 | 20 | 40 | 80 | 160 |
| V | 51 | 0.99994 | 0 | 20 | 40 | 80 | 160 | 320 |
| Zn | 68 | 0.99988 | 0 | 20 | 40 | 80 | 160 | 320 |

*注：以上元素的检测均使用 DBG（碰撞）模式；

2.2 部分元素曲线如下;

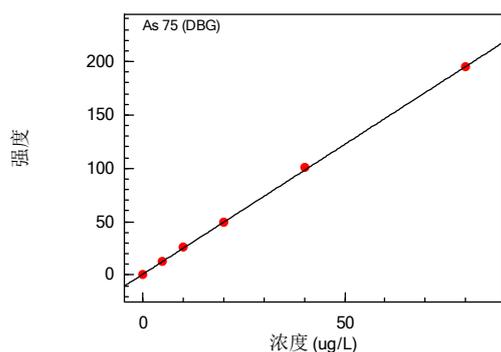


图 1As 元素的标准曲线 $r=0.99987$

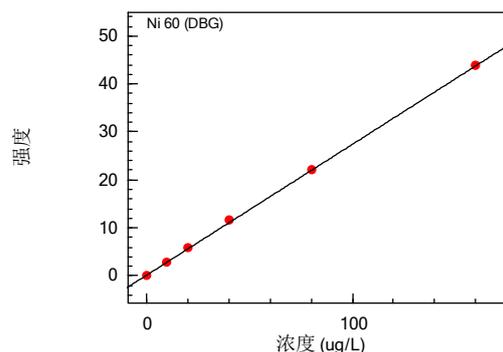


图 2 Ni 元素的标准曲线 $r=0.99993$

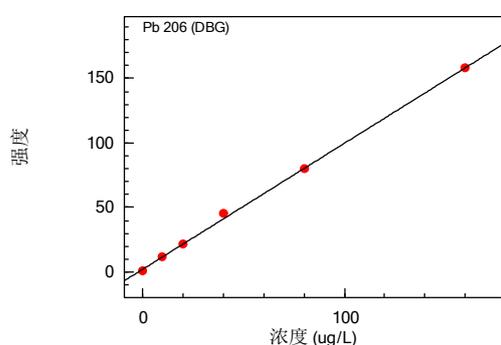


图 3 Pb 元素的标准曲线 $r=0.99955$

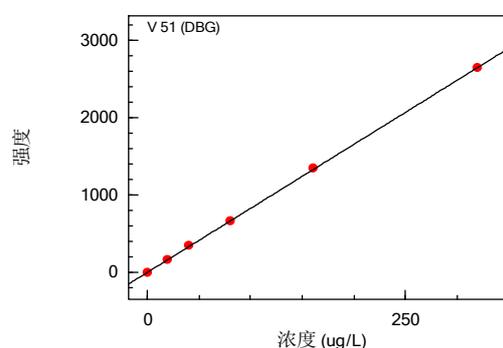


图 4 V 元素的标准曲线 $r=0.99994$

2.3 部分元素质量轮廓图

质量分析存在着同量异位素，多原子离子干扰，难熔氧化物干扰，双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素，ICPMS--2030 的八极赶碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别筛选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度，等效背景浓度，干扰情况等因素综合判断，对结果做出很好的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

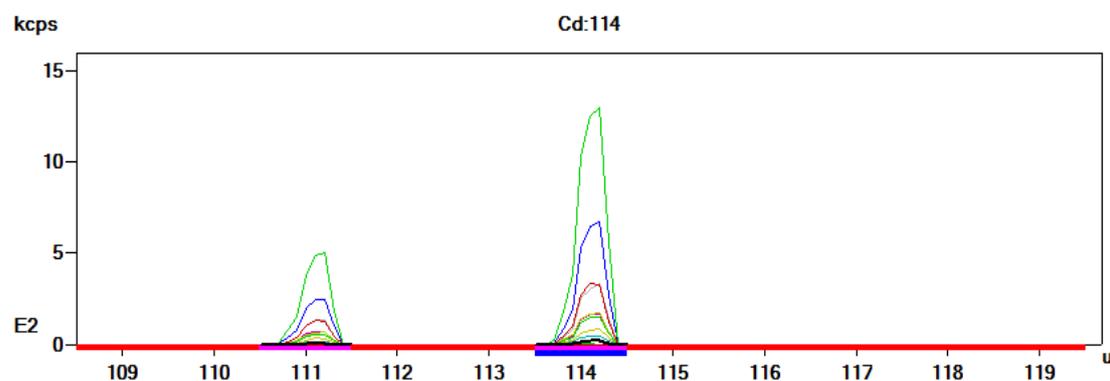


图 5 Cd 元素质量轮廓图

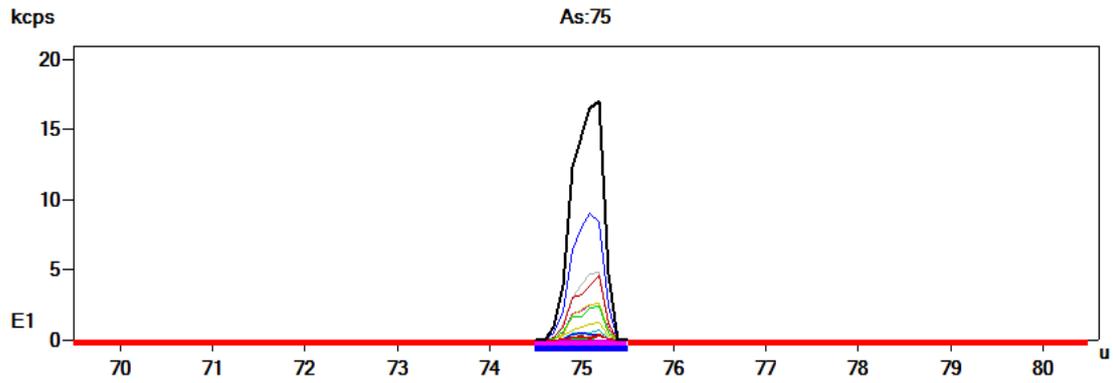


图 6 As 元素质量轮廓图

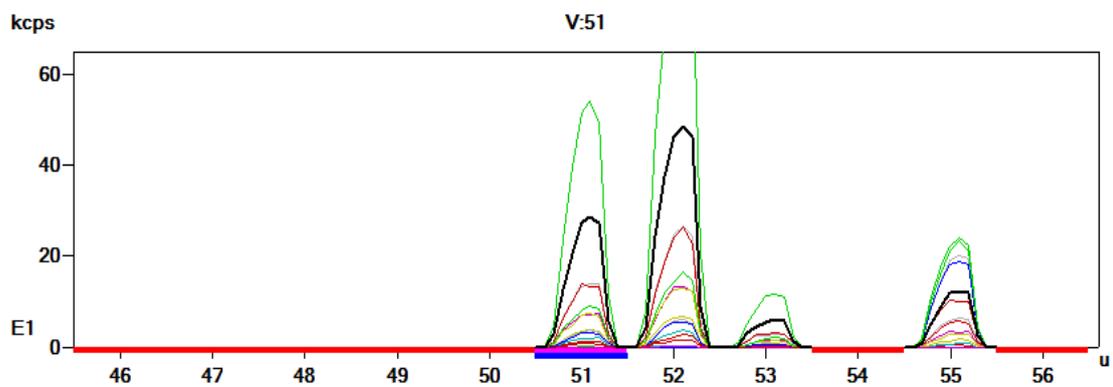


图 7 V 元素质量轮廓图

2.4 样品分析结果

使用 ICPMS -2030 直接测定土壤样品的 10 种金属元素的含量。

| 元素 | 校正内标 | 质量数 | 测定结果 ug/L | 加标结果 ug/L (加标量: 40ug/L) | RSD(%) n=7 | 加标回 收 (%) |
|----|-------------------|-----|--------------|----------------------------|---------------|--------------|
| As | ⁴⁵ Sc | 75 | 9.04 | 48.3 | 0.01 | 98 |
| Cd | ¹⁰³ Rh | 111 | 0.0747 | 39.5 | 0.93 | 99 |
| Co | ⁴⁵ Sc | 59 | 4.78 | 44.8 | 0.12 | 100 |
| Cr | ⁴⁵ Sc | 52 | 21.2 | 62.1 | 3.78 | 102 |
| Cu | ⁴⁵ Sc | 65 | 9.59 | 46.8 | 2.32 | 93 |
| Mn | ⁴⁵ Sc | 55 | 12.2 | 51.2 | 0.49 | 98 |
| Ni | ⁴⁵ Sc | 60 | 9.49 | 50.2 | 1.22 | 102 |
| Pb | ¹⁵⁹ Tb | 206 | 26.5 | 66.5 | 3.25 | 100 |
| V | ⁴⁵ Sc | 51 | 20.4 | 62.7 | 1.37 | 106 |
| Zn | ⁴⁵ Sc | 68 | 35.2 | 78.6 | 1.25 | 108 |

*注：以上元素的检测均使用 DBG（碰撞）模式；

2.5 检出限和精密度

对样品空白的分析元素进行 11 次测定得到检出限, 对某点浓度进行 7 次测定得到精密度

| 元素 | 仪器检出限 ug/L | 方法检出限 mg/kg | 精密度% |
|----|------------|-------------|------|
| As | 0.1059 | 0.05 | 1.73 |
| Cd | 0.0300 | 0.02 | 1.26 |
| Co | 0.0272 | 0.01 | 1.31 |
| Cr | 0.1781 | 0.09 | 1.36 |
| Cu | 0.5383 | 0.27 | 1.69 |
| Mn | 0.3134 | 0.16 | 0.91 |
| Ni | 0.1218 | 0.06 | 1.32 |
| Pb | 0.0942 | 0.05 | 0.70 |
| V | 0.0299 | 0.01 | 1.89 |
| Zn | 0.8332 | 0.42 | 1.60 |

3. 结论

使用岛津公司 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了土壤样品的 As Cd Co Ni Cu Cr Mn Pb V Zn 等 10 种金属元素的含量, 分析结果加标回收率, 检出限和精密度都符合国标的要求。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, 即可实现 10 种元素同时准备测定。