

T/SSSC

中国土壤学会团体标准

T/SSSC 007—2024

土壤中有有效态多元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of available state multielement in soil by inductively coupled plasma
mass spectrometry

2024 - 10 - 29 发布

2024 - 11 - 01 实施

中国土壤学会 发布

目 次

前言.....II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 原理..... 1

4 试剂和材料..... 1

5 仪器与设备..... 2

6 分析步骤..... 2

7 分析结果的表述..... 3

8 精密度..... 3

9 其他..... 3

附录 A（资料性附录） ICP-MS 仪器工作条件..... 5

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国土壤学会提出并归口。

本文件起草单位：江西省农业科学院农产品质量安全与标准研究所、江西有色地质矿产勘查开发院、赣州市综合检验检测院。

本文件主要起草人：张标金、昌晓宇、张康康、胡亮、丁丽莉、涂田华、靳丹丹、沈乐丞。

土壤中有效态多元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）测定土壤中有效态多元素（Se、Fe、Zn、Mn、Cu、Cd、Cr、Pb、Ni、As）的方法。

本标准适用于各类土壤中硒（Se）、铁（Fe）、锌（Zn）、锰（Mn）、铜（Cu）、镉（Cd）、铬（Cr）、铅（Pb）、镍（Ni）、砷（As）共10种有效态元素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 原理

利用碳酸氢铵-二乙基三胺五乙酸（AB-DTPA）缓冲溶液作为浸提剂，螯合浸提出土壤中有效态Se、Fe、Zn、Mn、Cu、Cd、Cr、Pb、Ni、As，其中二乙基三胺五乙酸为螯合剂，碳酸氢铵以离子交换形式置换出有效态阳离子和阴离子，再用硝酸消解去除土壤有机质，释放螯合态金属元素，使用电感耦合等离子质谱仪（ICP-MS）测定试液中元素含量。

4 试剂和材料

4.1 本方法所用试剂除另有说明外，均为优级纯试剂，试验用水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水，所用玻璃器皿使用前应用稀硝酸浸泡 2 h~4 h，然后用水冲洗干净并晾干。

4.2 下列溶液如未注明规格和配制方法时，均应符合 GB/T 601 的规定。

4.2.1 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42 g/mL，优级纯。

4.2.2 氨水：ρ（NH₃·H₂O）=0.91 g/mL，优级纯。

4.2.3 硝酸溶液（2+98）：取20 mL硝酸，缓慢加入980 mL水中，混匀。

4.2.4 氨水溶液（1+1）：取50 mL氨水，缓慢加入50 mL水中，混匀。

4.2.5 AB-DTPA 浸提溶液：800 mL 蒸馏水中加2 mL氨水（4.2.4），然后加入19.67 g二乙三胺五乙酸（DTPA），待大部分 DTPA 溶解后，加入 79.06 g 碳酸氢铵，轻轻搅拌至溶解，在pH计上用氨水（4.2.4）调节pH至7.3后，定容到1 L容量瓶，摇匀后待用。使用前用酸度计检查pH。

4.2.6 多元素贮备液（1000 mg/L或100 mg/L）：采用有证单元素或多元素国家标准物质。

4.2.7 内标元素贮备液（1000 mg/L）：钪、锆、铟、铈、铪、铋等采用有证单元素或多元素国家标准物质。

4.2.8 混合标准工作溶液：吸取适量多元素标准贮备液，用硝酸溶液（2+98）逐级稀释配成混合标准工作溶液系列。注：标准溶液系列的配制可根据试液中待测元素含量的多少和仪器灵敏度高低适当调整，但必须保证试液的测试浓度在标准工作曲线的线性范围之内。

4.2.9 液氩或高纯氩气（纯度 $\geq 99.999\%$ ）。

5 仪器与设备

使用一般实验室仪器设备和以下设备。

5.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

5.2 电子天平：感量 0.1 mg 和 1 mg。

5.3 耐高温玻璃三角瓶。

5.4 电热板。

5.5 恒温振荡水浴锅。

5.6 离心机。

5.7 研磨仪。

6 分析步骤

6.1 试样制备与保存

样品经烘干，研磨仪粉碎均匀，过20目（0.85 mm）筛，置于洁净、干燥的容器中备用。具体参考HJ/T 166的样品制备要求。

注：在采样和制备过程中，应防止试样污染。

6.2 试样浸提

称取0.5 g~2.0 g土壤样品于离心管中，将AB-DTPA浸提剂（4.2.5）置于25℃恒温环境中平衡。离心管中加入浸提剂溶液，浸提液与土壤样品比值应为20: 1。离心管置于温度 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，振速 250 r/min 的恒温振荡水浴锅上振荡 90 min。振荡结束后置于离心机上4000 r/min 离心 20 min。采用 0.45 μm 滤膜(或水性滤头) 滤出上清液，准确量取上清液于三角瓶中，加入1 mL HNO_3 （4.2.1），140℃消解至溶液清亮。用硝酸（4.2.3）洗出并定容至50.00 mL。

6.3 测定

按照ICP-MS仪器的操作规程，调整仪器至最佳工作状态，参考条件参见附录A。当仪器真空度达到要求时，用调谐液调整仪器灵敏度、氧化物、双电荷、分辨率等各项指标，当仪器各项指标达到测定要求，编辑测定方法，引入内标，观测内标灵敏度、脉冲与模拟模式的线性拟合，符合要求后，将空白溶液、混合标准工作液和试样液分别引入等离子体质谱，在线加入内标，得到各待测元素及内标元素的信号计数，根据待测元素与内标元素的强度比值，由标准曲线查得样品中各元素的质量浓度。Se与Cd检测采用甲烷模式，其他元素采用Ked模式检测。

6.4 空白试验

除不加样品外，均按6.2步骤进行。

6.5 标准曲线的制作

将混合标准溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定待测元素和内标元素的信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标，绘制标准曲线，参考梯度浓度见表1。

表1 多元素标准曲线

标准曲线	1	2	3	4	5	6	7	8	9
标线梯度 (μg/L)	1.0	3.0	5.0	10.0	20.0	80.0	200.0	400.0	800.0

6.6 试液的测定

将空白溶液和试液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定待测元素和内标元素的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

7 分析结果的表示

按式（1）计算待测元素的含量。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X — 试样中待测元素含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- ρ— 试样溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；
- ρ₀— 试样空白液中被测元素质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；
- V — 试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；
- f — 试样稀释倍数；
- m — 试样称取质量，单位为克（g）；
- 1000— 换算系数。

计算结果保留两位小数，最多不超过三位有效数字。

8 精密度

精密度见表2。

表2 精密度

样品各元素含量	两次独立测定结果的绝对差值不得超过
>1.0mg/kg	10 %
≤1.0 mg/kg 且 >0.1 mg/kg	15 %
≤0.1 mg/kg	20 %

9 其他

方法最低检出限和定量下限见表3。

表3 方法最低检出限和定量下限 单位：mg/kg

元素	硒	铁	锌	锰	铜	镉	铬	铅	镍	砷
最低检出限	0.0008	0.166	0.0094	0.0060	0.0022	0.0024	0.0019	0.0023	0.0017	0.0087
定量下限	0.0024	0.497	0.0283	0.0179	0.0066	0.0031	0.0057	0.0068	0.0051	0.0261

附录A
(资料性)
ICP-MS仪器工作条件

ICP-MS仪器工作条件见表A. 1。

表A. 1 ICP-MS 仪器工作条件

高频发射功率	1600 W	雾化器	高盐/同心雾化器
雾化器流量	1.2 L/min	取样锥/截取锥	镍/铂锥
辅助气流量	1.2 L/min	采样深度	8 mm~10 mm
甲烷流量	0.5 L/min	采集模式	跳峰
氦气流量	3.5 L/min	采集时间	15s
等离子体流量	15 L/min	每峰测定点数	1~3
雾化室温度	22 ℃	重复次数	2~3