

解决方案| ICP-MS 检测土壤和土壤沉积物中稀土元素

前言

稀土就是化学元素周期表中镧系元素-镧(La)、铈(Ce)、镨(Pr)、钕(Nd)、钷(Pm)、钐(Sm)、铕(Eu)、钆(Gd)、铽(Tb)、镝(Dy)、钬(Ho)、铒(Er)、铥(Tm)、镱(Yb)镱(Lu),以及与镧系的 15 个元素密切相关的元素—钇(Y)和钪(Sc)共 17 种元素,称为稀土元素。土壤中的稀土元素对土壤微生物的生态效应是重要的。稀土元素的存在可以影响土壤微生物的多样性和活性,进而影响土壤的有机质分解和养分循环。



稀土元素是一组重要的化学元素,它们在土壤中的存在对于土壤的质量和植物的生长发育具有重要的影响。因此,准确测定土壤中的稀土元素含量对于环境科学和地质学的研究具有重要意义。ICP-TOFMS 技术相比传统的 ICP-MS 技术具有更高的分辨率和更短的测量时间。这意味着 ICP-TOFMS 可以同时测定多种稀土元素,提高了分析效率和准确度。本文采用电感耦合等离子体飞行时间质谱(ICP-TOFMS)测定土壤样品中 18 种稀土元素的含量。该方法灵敏度高、线性范围宽、可多元素快速分析,供相关人员参考。



OptiMass 9600 电感耦合等离子体飞行时间质谱仪

仪器与试剂

OptiMass 9600 电感耦合等离子体飞行时间质谱仪;

浓硝酸;

氢氟酸;

盐酸;

双氧水;

硼酸;

土壤样品。

仪器条件

SmartGate Ranges	(9-60, 78-82)
Acquisition Time	5
Replicates	3
Sample Intro Time	40
Sample Pump Speed	5
Flush Pump Speed	20
Flush Time	35
Rinse Time	10
Rinse Pump Speed	10
Sample Introduction	Manual
Torch X position (mm)	10
Torch Y position (mm)	-0.7
Torch Z position (mm)	-1.4
Gasbox nebulizer flow (l/min)	1.29
Gasbox plasma flow (l/min)	10
Gasbox auxiliary flow (l/min)	0.5
Generator set power (W)	1200
Skimmer (V)	-1500
Extraction (V)	-1400
Multiplier Gain (V)	3300

样品处理

标液配制：

准确移取一定量的各元素标准储备液于 100mL 容量瓶中，用 38g/L 硼酸定容后配制成 1ug/mL 标准中间液，准确移取 0.05、0.5、1.2、2、5、10 mL 1ug/mL 标准中间液于 100mL 容量瓶中，用 38g/L 硼酸定容后摇匀。即配制成 0.5、5、12、20、50、100ppb 的标准系列使用溶液。内标物 Rh 的浓度均为 50ppb。

样品处理：

准确称取 0.2g 样品于消解罐中，加少量水润湿，加入 6mL 硝酸、2mL 双氧水、2mL 盐酸、2mL 氢氟酸。将其置于微波消解仪中，按照以下程序微波消解，消解结束后，转移至 100mL 容量瓶中，加入 1mL 5ug/mL 的 Rh 内标溶液至容量瓶中，用 38g/L 硼酸水溶液定容至刻度，摇匀，过滤后备用。

微波消解升温程序：

消解次数	升温时间 /min	温度/°C	保持时间/min
第一次消解	15	120	30
第二次消解	10	160	5
	10	190	59

实验结果

样品测定结果

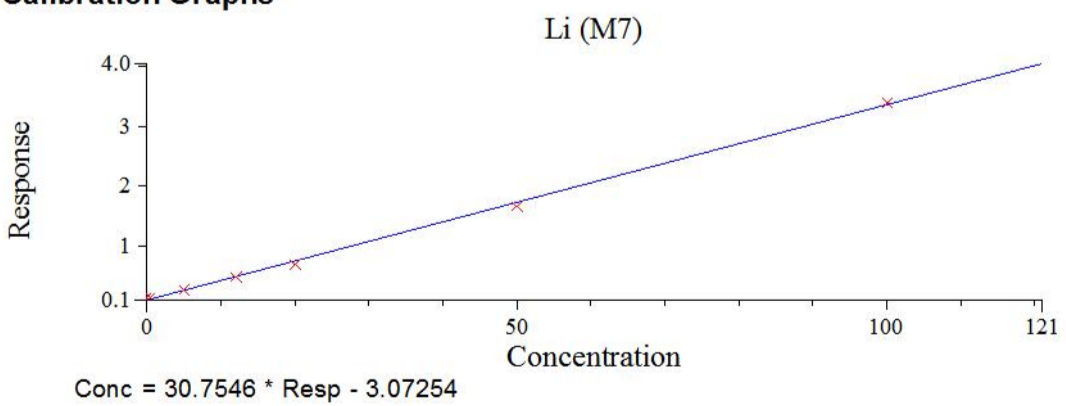
单位：mg/kg

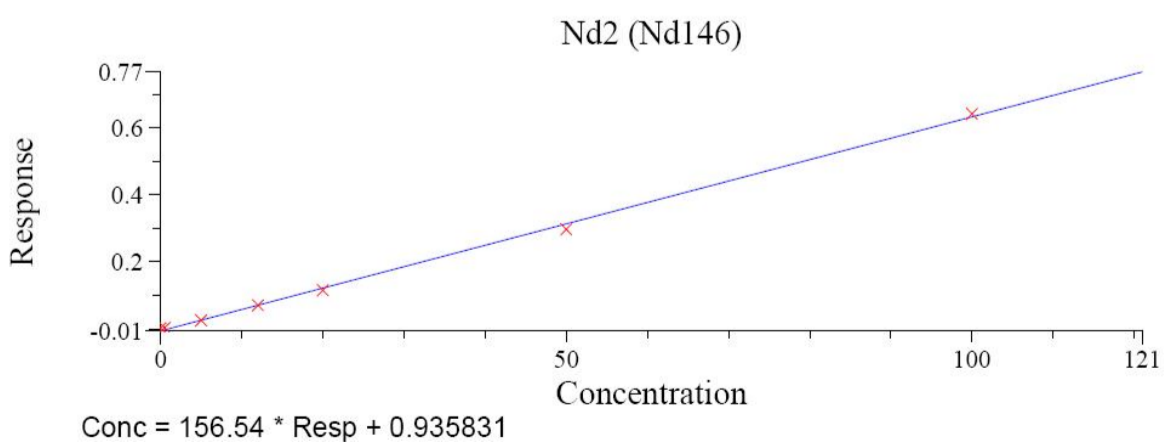
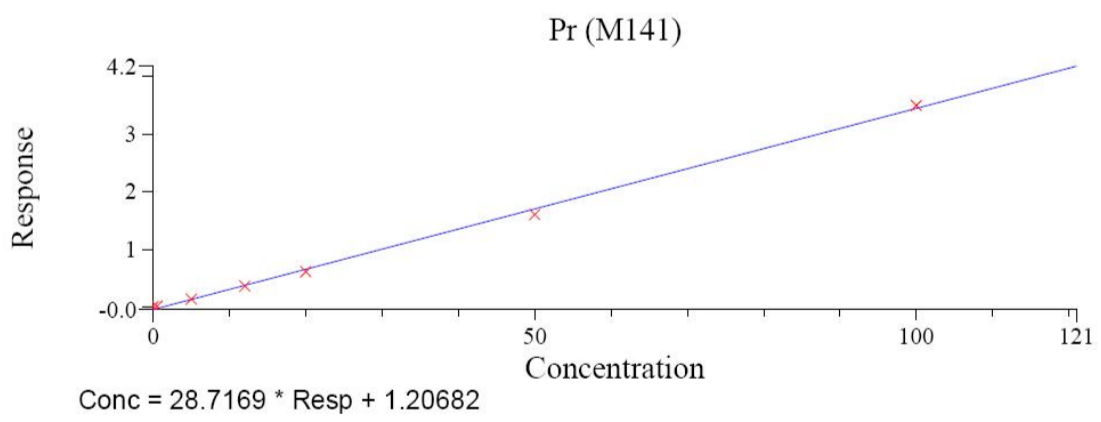
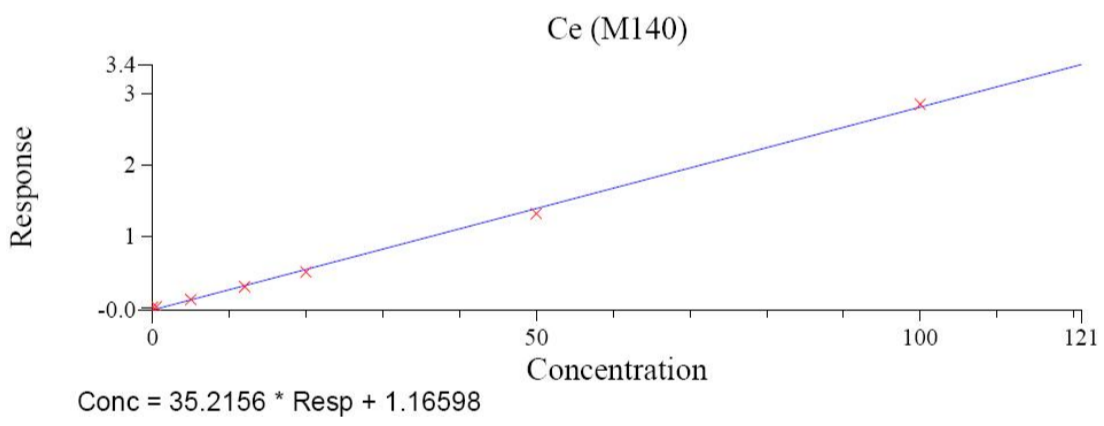
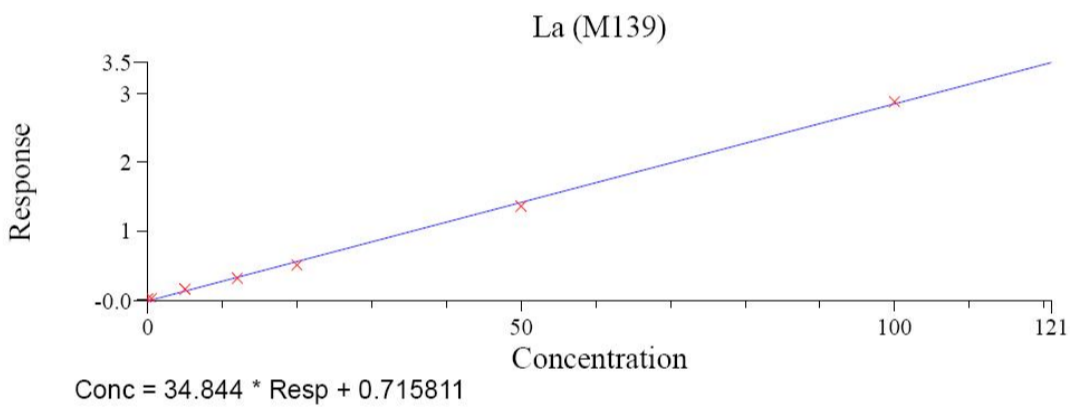
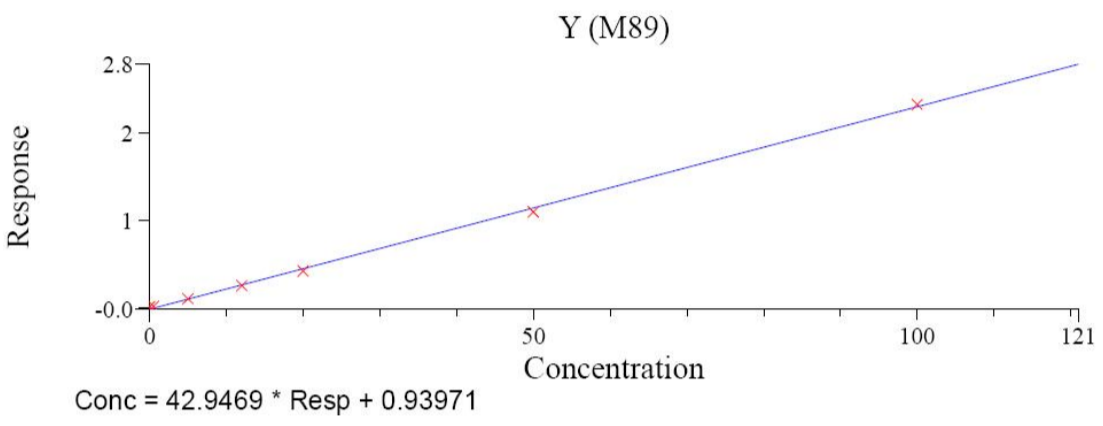
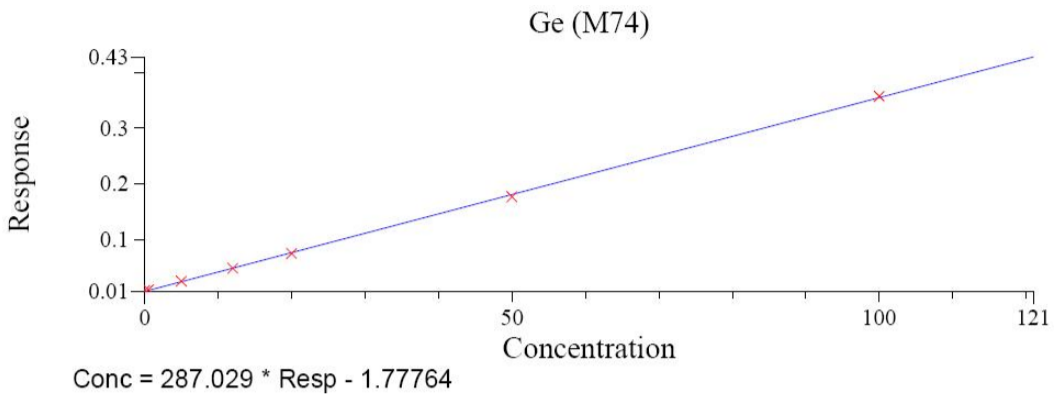
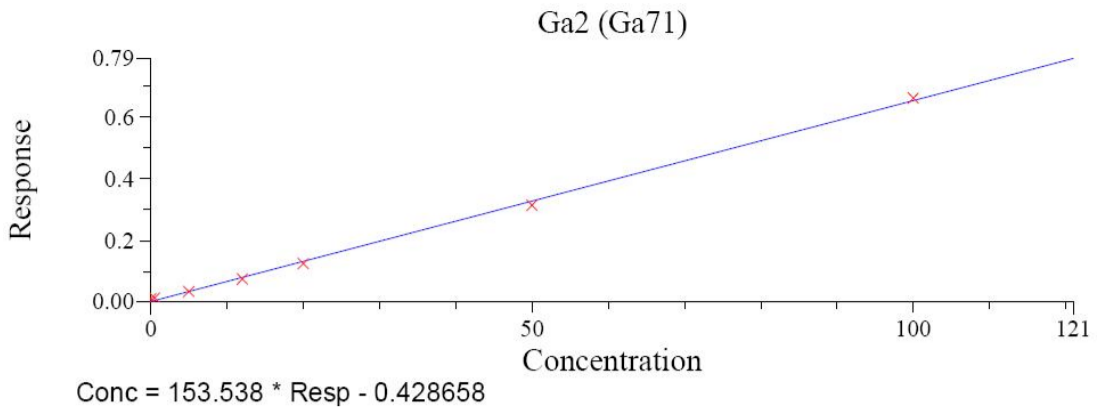
序号	元素	定量离子	2023464058-Soil	P15 (E)	WEPAL 860-Sediment
1	Li	7	6.461	0.000	29.039
2	Ga	71	24.249	71.971	6.135
3	Ge	74	2.109	0.674	0.901
4	Y	89	0.902	31205.834	9.923
5	La	139	2.899	32010.672	12.359
6	Ce	140	10.892	5552.666	24.778
7	Pr	141	0.620	8519.921	2.654
8	Nd	146	2.320	29462.627	10.565
9	Sm	149	0.405	6449.495	1.792
10	Eu	151	0.000	504.693	0.268
11	Gd	157	0.347	5748.991	1.843
12	Tb	159	0.000	867.880	0.082
13	Dy	163	0.175	5318.507	1.561
14	Ho	165	0.000	961.563	0.130
15	Er	166	0.011	2746.932	0.788
16	Tm	169	0.000	340.797	0.000
17	Yb	172	0.046	2259.083	0.725
18	Lu	175	0.000	266.768	0.000

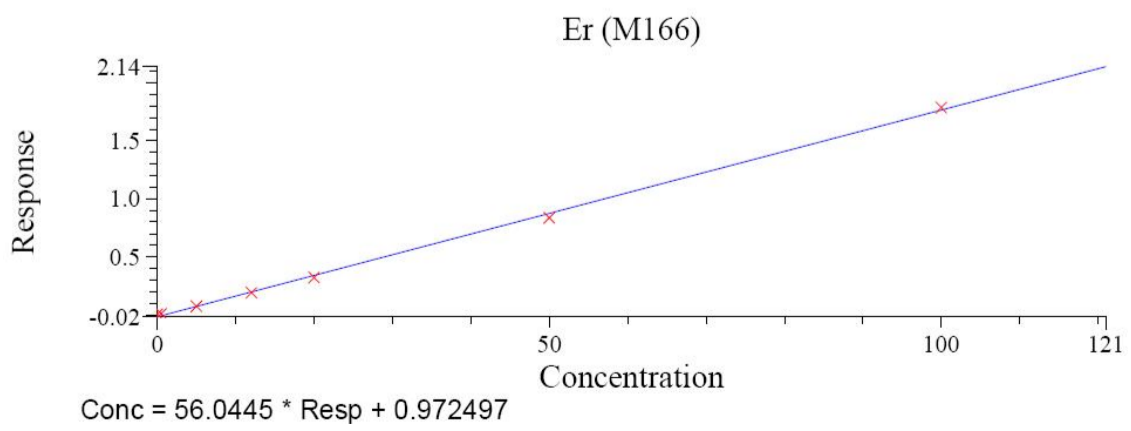
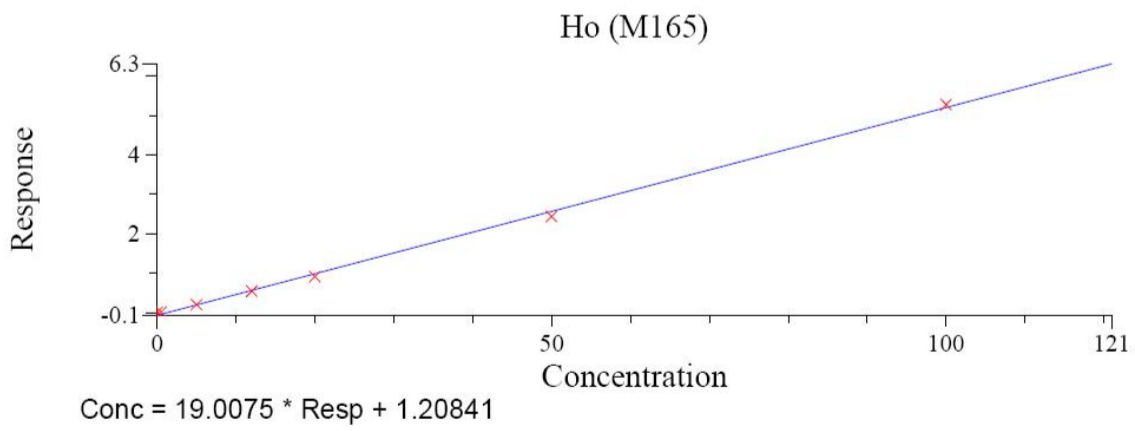
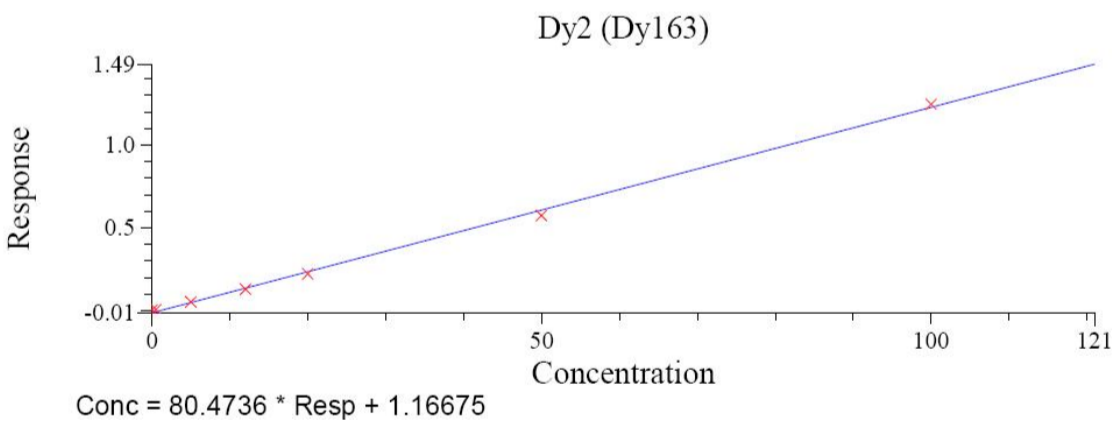
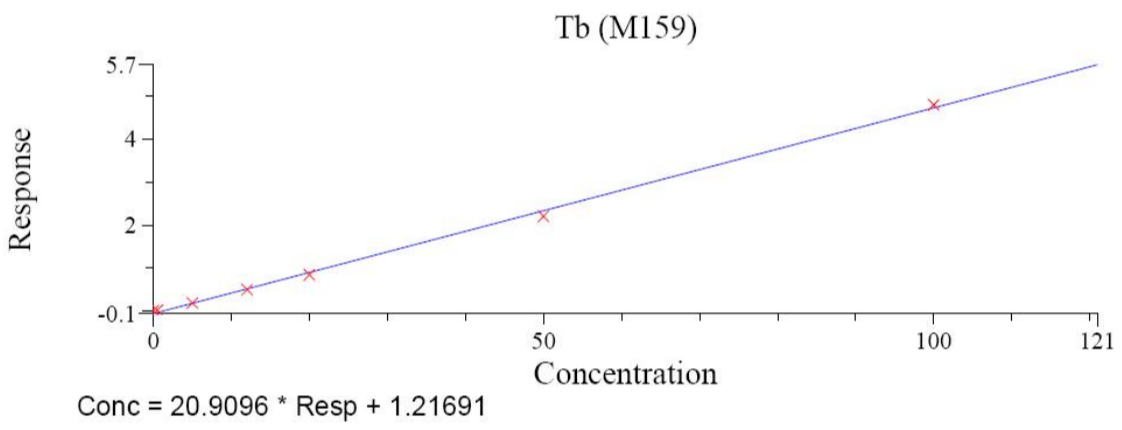
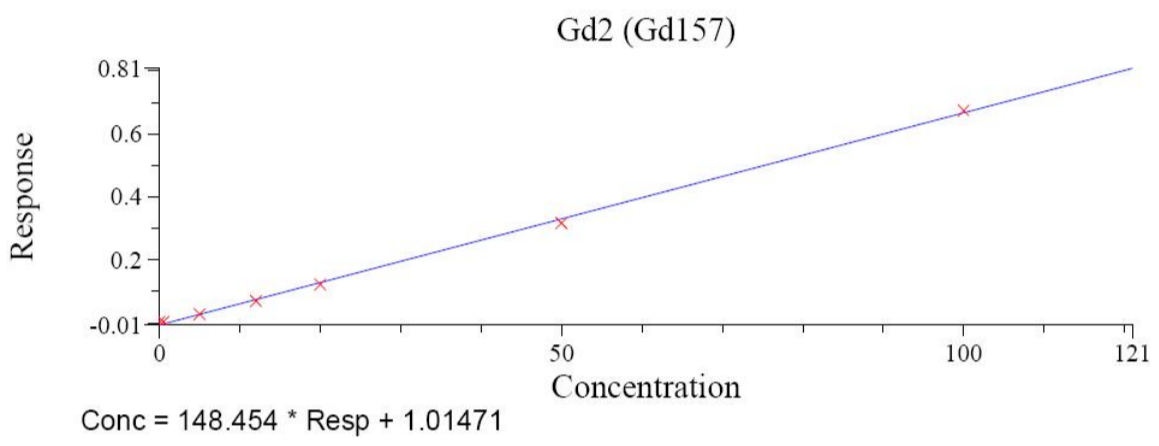
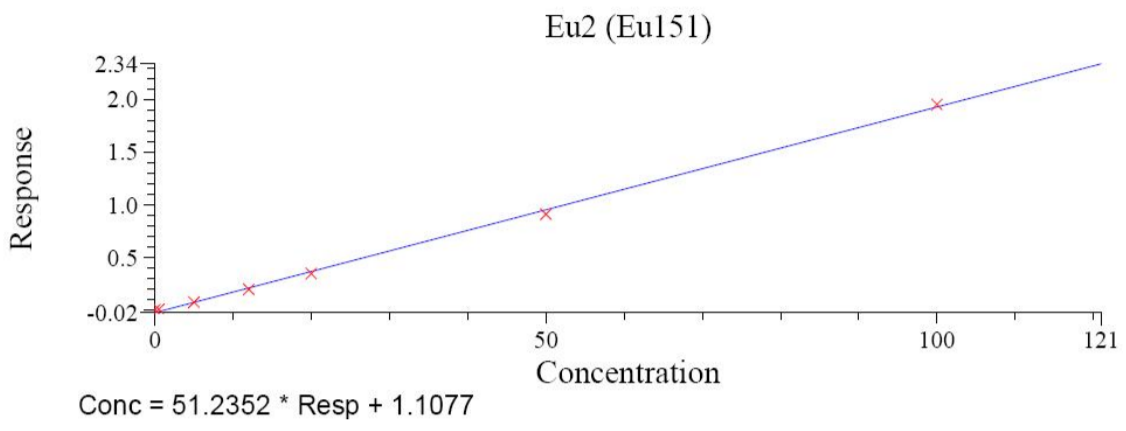
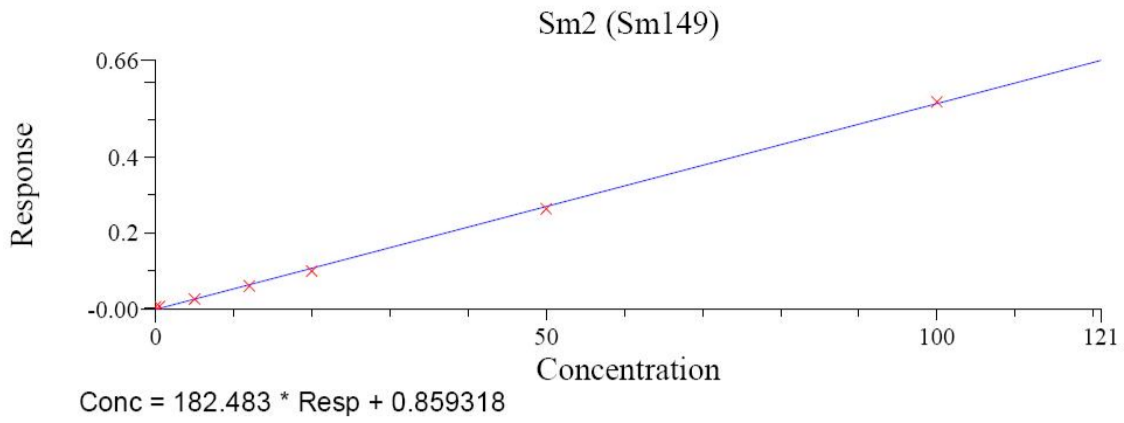
元素标准曲线方程及其线性相关系数

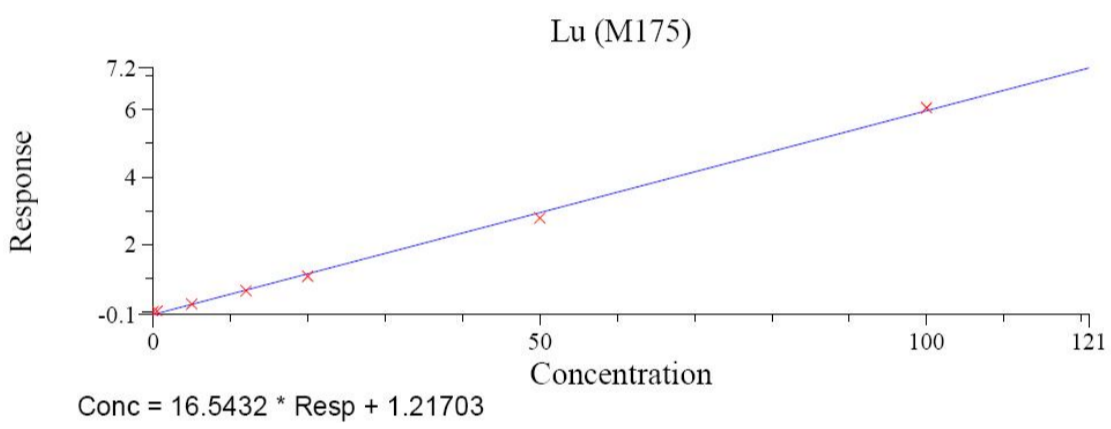
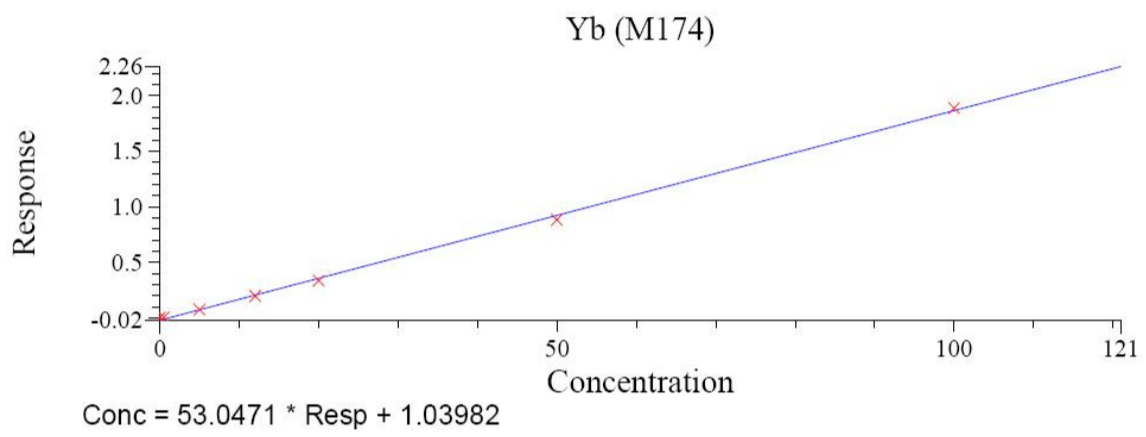
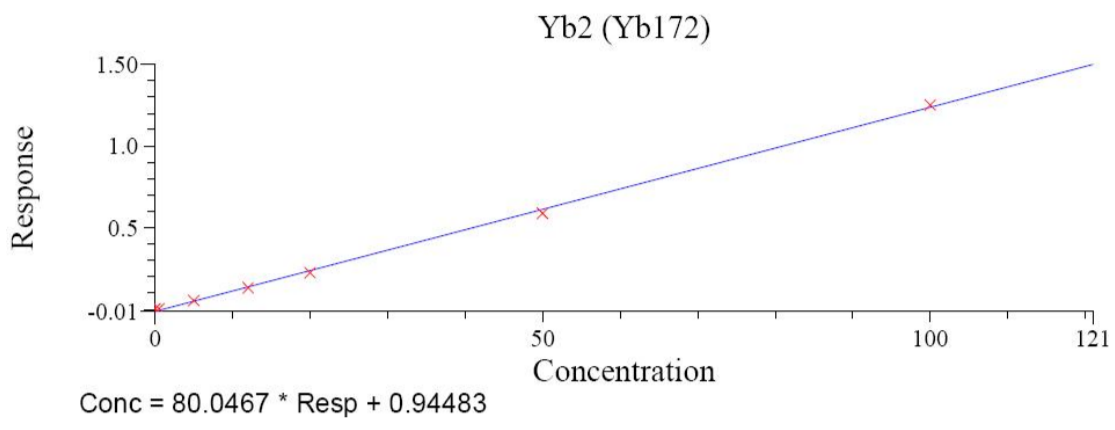
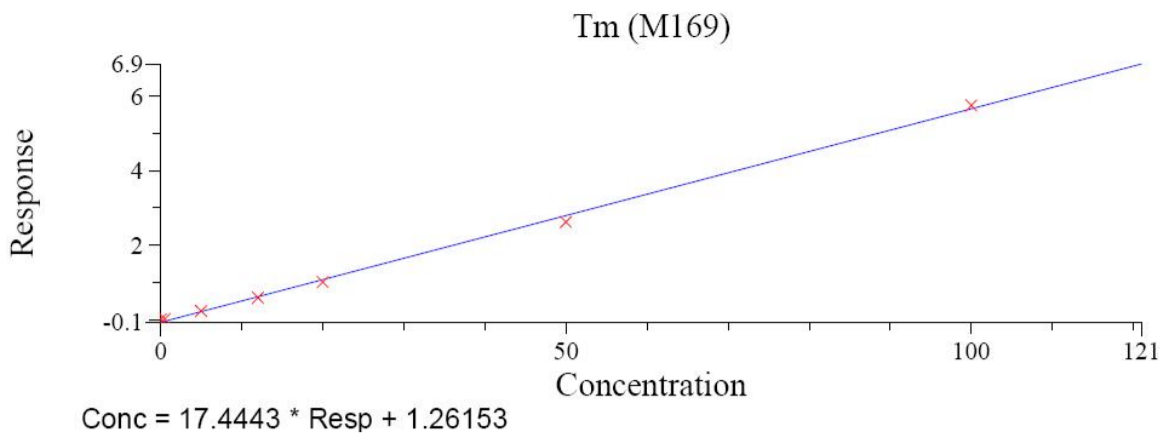
序号	Analyte	定量离子	R	Equation
1	Li	7	0.99939	Conc = 30.7546 * Resp - 3.07254
2	Ga	71	0.99930	Conc = 153.538 * Resp - 0.428658
3	Ge	74	0.99984	Conc = 287.029 * Resp - 1.77764
4	Y	89	0.99941	Conc = 42.9469 * Resp + 0.93971
5	La	139	0.99930	Conc = 34.844 * Resp + 0.715811
6	Ce	140	0.99914	Conc = 35.2156 * Resp + 1.16598
7	Pr	141	0.99905	Conc = 28.7169 * Resp + 1.20682
8	Nd	146	0.99922	Conc = 156.54 * Resp + 0.935831
9	Sm	149	0.99957	Conc = 182.483 * Resp + 0.859318
10	Eu	151	0.99931	Conc = 51.2352 * Resp + 1.1077
11	Gd	157	0.99939	Conc = 148.454 * Resp + 1.01471
12	Tb	159	0.99909	Conc = 20.9096 * Resp + 1.21691
13	Dy	163	0.99907	Conc = 80.4736 * Resp + 1.16675
14	Ho	165	0.99915	Conc = 19.0075 * Resp + 1.20841
15	Er	166	0.99937	Conc = 56.0445 * Resp + 0.972497
16	Tm	169	0.99896	Conc = 17.4443 * Resp + 1.26153
17	Yb	172	0.99943	Conc = 80.0467 * Resp + 0.94483
18	Lu	175	0.99912	Conc = 16.5432 * Resp + 1.21703

Calibration Graphs









结 论

本文采用电感耦合等离子体飞行时间质谱(ICP-TOFMS)测定土壤样品中18种稀土元素的含量,各元素线性关系及重复性良好,定量准确,各元素的相关系数 $r > 0.999$ 。本文实验表明,该方法操作简便、快速,测试结果准确,样品前处理简单,可适用于土壤中稀土元素含量的测定,可供相关人员参考。