

## ICP-5000 测定土壤中 10 种金属元素

## Determination of 10 Elements in the Soil by ICP-5000

李鹰 李丹

聚光科技（杭州）股份有限公司

## 技术特点

- 复杂基体的干扰
- 痕量元素分析
- 湿法消解法
- 标准土壤样品

土壤中各种金属元素的含量差别较大。它们含量高低直接影响植物的健康。电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-OES）是痕量元素分析的主要技术手段，目前已经广泛应用于土壤样品中多种金属元素的分析检测。

本文采用硝酸+氢氟酸+高氯酸消解土壤样品，采用 ICP-5000 全谱直读原子发射光谱仪测定标准土壤样品中的硼、钡、镉、钴、铬、铜、镍、锶等 10 种金属元素，通过计算方法检出限、回收率和精密度来考察 ICP-5000 测定实际样品的分析性能。结果表明 ICP-5000 可用于土壤样品中多种金属元素的同时分析检测。

## 样品前处理

准确称取 0.25 g（准确至 0.0001 g）标准土壤（GSS-15）于聚四氟乙烯烧杯中，先加浓硝酸润湿样品，在电热板上低温加热，蒸发至尽干，加入氢氟酸、浓硝酸和高氯酸，在电热板上加热除硅，再加入浓硝酸和高氯酸，赶酸至尽干，冷却，定容至 25 mL，备测。消解液通过阳离子交换柱进行分离富集，依次用超纯水和硝酸清洗柱子，收集流出液，待测。

## 仪器配置

仪器：ICP-5000 等离子体原子发射光谱仪；



双向观测（水平+垂直），分析参数见表 1。

流动注射仪：FIA-3110。

进样系统：旋流雾化室、玻璃同心雾化器。

离子交换柱：IE0610；吸附树脂：ICP-CH。

表 1 ICP-5000 的仪器条件

| 参数    | 设置                      |
|-------|-------------------------|
| RF 功率 | 1150 w                  |
| 等离子观测 | 水平                      |
| 冷却气   | 12 L/min                |
| 辅助气   | 1.00 L/min              |
| 雾化气   | 0.50 L/min              |
| 进样泵速  | 50 rpm                  |
| 冲洗泵速  | 100 rpm                 |
| 分析时间  | 长波 10 s, 短波 15s<br>智能积分 |

## 标准溶液配置

被测元素标准溶液配制梯度见表 2。线性相关系数均大于 0.999。

表 2 各元素的标准溶液配制梯度 单位：mg/L

| 溶液编号 | 元素名称              | 标准溶液浓度        |
|------|-------------------|---------------|
| 1    | 硼、镉、钴、铬、铜、镍、锶、钒、锌 | 0、0.1、0.5、1.0 |
| 2    | 钡                 | 0、0.5、1.0、5.0 |

## 关键词

- ICP-5000
- 土壤
- 湿法消解法
- 基体干扰

## 方法检出限

按样品空白连续 11 次测定的 3 倍 SD 乘以稀释倍数计算元素的方法检出限(MDL), 结果列于表 3。

**表 3 被测元素的方法检出限 单位 : mg/Kg**

| 元素波长(nm)   | MDL         |
|------------|-------------|
| B 249.773  | 0.16        |
| Ba 493.409 | 0.038       |
| Cd 214.438 | 0.01 (离子交换) |
| Co 228.616 | 0.27        |
| Cu 327.396 | 0.12        |
| Ni 221.647 | 0.16        |
| Sr 421.552 | 0.11        |
| Zn 213.856 | 0.082       |
| V 290.882  | 0.091       |
| Cr 205.552 | 0.13        |

注: 方法检出限=3 倍标准偏差×稀释倍数(0.25 g 到 25 mL)

## 方法精密度与加标回收率

**表 4 土壤标样中金属元素的方法精密度和加标回收率 单位 : mg/Kg**

| 元素 | 标准值  | 五个加标平行样测定值 |       |       |       |       | RSD (%) | 平均回收率(%) |
|----|------|------------|-------|-------|-------|-------|---------|----------|
|    |      | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     |         |          |
| 硼  | 63   | 59.55      | 60.43 | 61.35 | 59.75 | 60.60 | 1.2     | 95.77    |
| 钒  | 119  | 129.3      | 133.4 | 130.1 | 131.7 | 128.5 | 1.5     | 109.7    |
| 钡  | 716  | 694.9      | 710.0 | 699.7 | 710.0 | 696.5 | 1.0     | 98.08    |
| 镉  | 0.21 | 0.15       | 0.18  | 0.23  | 0.26  | 0.19  | 2.0     | 96.19    |
| 钴  | 17.6 | 18.65      | 17.73 | 17.53 | 16.98 | 17.50 | 3.5     | 100.4    |
| 铬  | 87   | 88.70      | 89.28 | 87.48 | 88.88 | 90.93 | 1.4     | 102.4    |
| 铜  | 37   | 37.48      | 41.23 | 40.93 | 37.83 | 41.28 | 4.8     | 107.4    |
| 镍  | 41   | 38.73      | 39.43 | 36.98 | 38.95 | 36.30 | 3.6     | 92.87    |
| 锌  | 94   | 92.65      | 91.68 | 97.61 | 92.13 | 94.46 | 2.6     | 99.69    |
| 锶  | 115  | 107.8      | 117.7 | 107.9 | 99.73 | 110.0 | 5.9     | 94.45    |

采用 ICP-5000 测定 5 个平行样品, 考察各元素的方法精密度和加标回收率, 方法精密度和加标回收率结果见表 4。

## 结论

本文采用 ICP-5000 测定标准土壤样品中硼、钡、钴、铬、铜、镍、锶等金属元素含量, 采用离子交换技术分析土壤中痕量镉, 通过计算方法检出限、回收率和方法精密度, 考察 ICP-5000 在土壤样品中的实际分析性能。结果表明: 与国标准值对比, 测定值与标准值基本一致, 回收率均在 92.87%~109.7%, 方法精密度除锶 5.9% 外, 均小于 5%, ICP-5000 可用于土壤样品中多种金属元素的分析检测。

## 参考文献

[1] GB 15618-1995, 土壤环境质量标准[S]. 1995.



聚光科技(杭州)股份有限公司  
浙江省杭州市滨江(高新)区滨安路 760 号  
邮编: 310052  
电话: 0571-85012188  
传真: 0571-85012001  
网址: www.fpi-inc.com  
客服热线: 400-7007-555



[sysywfzb.list@fpi-inc.com](mailto:sysywfzb.list@fpi-inc.com)

