

# Определение содержания металлов в почве

Микроволновое разложение - Экстракция царской водкой-Метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)

Метод разработан на основе «НД 803-2016 Определение 12 металлических элементов в почвах и отложениях с помощью масс-спектрометрии с экстракцией и индуктивно связанной плазмой Aqua Regia». Дано краткое описание использования прибора для микроволнового разложения XT-iMD от Raykol для обработки образцов почвы, а также использует набор решений для обнаружения некоторых металлов в образцах почвы методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-MS).

Оборудование	Микроволновая система разложения от Raykol iMD 24
	Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС)
Реагенты	Стандартный одноэлементный раствор : $\rho = 100 \text{ мг/л} \sim 1000 \text{ мг/л}$ исходный стандартный раствор.
	Стандартный многоэлементный смешанный раствор : $\rho = 10,0 \text{ мг/л}$ . Разбавьте исходный раствор одноэлементного стандарта раствором азотной кислоты (0,5 моль/л), чтобы получить Стандартный многоэлементный смешанный раствор $\rho = 100 \text{ мг/л}$ :
	Стандартный раствор внутреннего стандарта, содержащий ${}^6\text{Li}$ , ${}^{45}\text{Sc}$ , ${}^{74}\text{Ge}$ , ${}^{89}\text{Y}$ , ${}^{103}\text{Rh}$ , ${}^{185}\text{Re}$ , ${}^{209}\text{Bi}$ и др. эл.
	Кислота соляная (ос.ч.), азотная кислота (ос.ч.)

## Подготовка

### Приготовление стандартных растворов

Концентрации стандартной серии показаны в Таблице 1 ниже. Внутренние стандарты можно добавлять непосредственно в серию стандартов или онлайн с помощью перистальтического насоса. Внутренним стандартом должен быть элемент, не содержащийся в пробе, или элемент, концентрация которого значительно превышает содержание самой пробы.

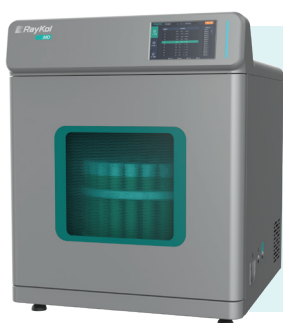
Таблица 1 Концентрация стандартных растворов

Элемент	C <sub>0</sub>	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8
	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )	( $\mu\text{g/L}$ )
Cd	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
Cu	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
Cr	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
Ni	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
Pb	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
Zn	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
V	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100
As	0	0.5	1	2	5	10	20	50	100

### Подготовка образцов почвы

Удалить из проб ветки, листья, камни и другие посторонние предметы в соответствии с требованиями тех.документации. Отобранные пробы сушат на воздухе, грубо измельчают и тонко измельчают в лаборатории до сита с отверстиями диаметром 0,15 мм (100 меш). Во время подготовки проб следует избегать загрязнения и потери измеряемых элементов.

Для эксперимента был выбран стандартный материал анализа состава почвы GBW 07452 (GSS-23) - отложения пляжа Восточного пляжа Сяншань.



система микроволнового разложения iMD 24

- Взвесьте 0,1 г испытуемого образца (с точностью до 0,0001 г), поместите его в герметичный сосуд для разложения из политетрафторэтилена, добавьте 8 мл царской водки, поместите сосуд в ротор, ротор поместите в прибор для микроволнового разложения и следуйте инструкциям (рис. 1). Проведите процедуру разложения в соответствии с рекомендуемой методикой, охладите сосуд до комнатной температуры после разложения.
- Откройте сосуд, отфильтруйте экстракт с помощью фильтровальной бумаги для количественного анализа и соберите его в мерную колбу емкостью 50 мл.
- После того, как экстракт отфильтрован, используйте небольшое количество раствора азотной кислоты для очистки внутренней стенки крышки политетрафторэтиленового сосуда, внутренней стенки сосуда и остатков фильтра не менее 3 раз. Профильтруйте промывную жидкость и соберите в мерную колбу, доведя объем до метки водой.



Рис. 1. Программа для микроволнового разложения.

Таблица 2. Стандартные условия прибора

Мощность	распылитель	материал скиммера	Расход газа-носителя	Разрешение	Метод добавления внутреннего стандарта	Метод обнаружения
1240W	распылитель концентрический для проб с высоким содержанием солей	Никель	1,10 л/мин	6,9 нм	Добавьте внутренние стандарты онлайн: германий, индий, висмут и другие многоэлементные смешанные стандартные растворы	3-х кратное измерение

## Результаты

### Результаты измерений стандартных образцов почвы

Стандартный образец для анализа состава почвы GBW 07452 (GSS-23) – пляжные отложения в провинции Шаньдун, см. Таблицу 3. В стандарте HJ 803-2016 «Определение 12 металлических элементов в почве и отложениях – экстракция царской водкой масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой» результаты обнаружения с пробоподготовкой методом микроволнового разложения GBW07452 (GSS-23) приведены в таблице 4. Измеренные значения стандартных образцов почвы приведены в таблице 5. Степень извлечения при анализе стандартного образца почвы (рассчитанная на основе рекомендуемого промежуточного значения) показана в Таблице 6.

Таблица 3 Стандартные значения GSS-23

Элемент	Cd	Cu	Cr	Ni	Pb	Zn	V	As
Стандартное значение (мг/кг)	0.15±0.02	32±1	82±4	38±1	28±1	97±3	104±4	11.8±0.9

Таблица 4. Измеренные значения метода микроволнового разложения HJ 803-2016 GSS-23.

Элемент	Cd	Cu	Cr	Ni	Pb	Zn	V	As
Стандартное значение (мг/кг)	0.14	28.5	53	32	27	94	64	10.1

Таблица 5. Измеренные значения стандартных образцов почвы

Номер	Элемент	измеренное значение				RSD (%)	Результат
		1	2	3	Среднее		
1	Cd	0.137	0.144	0.138	0.14	2.21	в норме
2	Cu	29.762	31.125	29.213	30.033	3.28	вне диапазона
3	Cr	75.288	73.164	74.255	74.236	1.43	вне диапазона
4	Ni	38.125	38.979	38.47	38.525	1.12	в норме
5	Pb	27.333	27.842	27.019	27.398	1.52	в норме
6	Zn	94.978	97.721	94.557	95.752	1.79	в норме
7	V	102.357	104.164	101.725	102.749	1.23	в норме
8	As	11.768	12.564	12.361	12.231	3.38	в норме

Таблица 6. Определение степени извлечения стандартных образцов почвы (рассчитано на основе рекомендуемого промежуточного значения)

номер	Элемент	Степень извлечения (%)			
		1	2	3	Среднее
1	Cd	91.33	96	92	93.11
2	Cu	93.01	97.27	91.29	93.86
3	Cr	91.81	89.22	90.55	90.53
4	Ni	100.33	102.58	101.24	101.38
5	Pb	97.62	99.44	96.5	97.85
6	Zn	97.92	100.74	97.48	98.71
7	V	98.42	100.16	97.81	98.8
8	As	99.73	106.47	104.75	103.65

## Итоги

Содержание различных металлов в стандартных образцах почвы были определены методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS) с предварительной пробоподготовкой методом микроволнового разложения (разложения в царской водке). Результаты измерений, за исключением меди и хрома, находились в пределах стандартного сертификата на материал; однако, результаты измерений меди и хрома значительно лучше, чем у стандарта HJ 803. ОСО результатов измерений составляет менее 3,5%, а степень извлечения находится в диапазоне 90–105%.

В данном эксперименте для определения различных металлов в пробах почвы с помощью метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS), для пробоподготовки была использована система микроволнового разложения (разложения в царской водке) серии iMD от RayKol. Показано, что данная система соответствует требованиям к эксперименту и может эффективно и стабильно использоваться.