



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 44343—2024

## 土壤质量 土壤中 22 种元素的测定 酸溶-电感耦合等离子体质谱法

Soil quality—Determination of 22 elements—Digest with acids and  
analyse with inductively coupled plasma mass spectrometry

2024-08-23 发布

2024-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 目 次

前言 .....	Ⅲ
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 试剂和材料 .....	1
6 仪器和设备 .....	2
7 样品前处理 .....	2
8 测试步骤 .....	2
9 结果的计算与表达 .....	3
10 检出限和定量限 .....	4
11 质量保证和控制 .....	5
12 试验报告 .....	5
附录 A（资料性） ICP-MS 参考条件及干扰消除 .....	6
附录 B（资料性） 待测元素和内标元素标准溶液质量浓度 .....	8

## 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》的规定起草。

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会（SAC/TC 404）归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所、中国环境科学研究院、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、黑龙江省地质矿产实验测试研究中心、江苏省质量和标准化研究院、江苏申达检验股份有限公司。

本文件主要起草人：龚华、韩勇、张亚辉、毛雪飞、张旭、赵敏、周小龙、王晓伟、郭志英、涂勇辉、李亚、章学周、李雪。



# 土壤质量 土壤中 22 种元素的测定

## 酸溶-电感耦合等离子体质谱法

### 1 范围

本文件描述了测定土壤中 22 种元素的酸溶-电感耦合等离子体质谱法。

本文件适用于经过均-化后的土壤中锂 (Li)、铍 (Be)、钪 (Sc)、钒 (V)、铬 (Cr)、锰 (Mn)、钴 (Co)、镍 (Ni)、铜 (Cu)、锌 (Zn)、砷 (As)、锶 (Sr)、钼 (Mo)、镉 (Cd)、铟 (Sb)、钡 (Ba)、钨 (W)、铊 (Tl)、铅 (Pb)、铋 (Bi)、钍 (Th) 和铀 (U) 各元素总量的测定。

### 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 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法

GB/T 36197 土壤质量 土壤采样技术指南

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法原理

采用氢氟酸-硝酸-高氯酸-盐酸体系将土壤样品分解，使目标元素转移至待测溶液中。采用电感耦合等离子体质谱法进行检测，根据元素的质谱图或者特征离子进行定性，内标法定量。

### 5 试剂和材料

5.1 除非另有说明，实验用水应符合 GB/T 33087 高纯水的相关要求。

5.2 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.3 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.4 氢氟酸： $\rho(\text{HF}) = 1.15 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.5 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.68 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.6 盐酸溶液：取 20 mL 盐酸 (5.3)，缓慢加入 100 mL 水中，混匀。

5.7 硝酸溶液：取 20 mL 硝酸 (5.2)，缓慢加入 980 mL 水中，混匀。

5.8 标准溶液：锂 (Li)、铍 (Be)、钪 (Sc)、钒 (V)、铬 (Cr)、锰 (Mn)、钴 (Co)、镍 (Ni)、铜 (Cu)、锌 (Zn)、砷 (As)、锶 (Sr)、钼 (Mo)、镉 (Cd)、铟 (Sb)、钡 (Ba)、钨 (W)、铊 (Tl)、铅 (Pb)、铋 (Bi)、钍 (Th) 和铀 (U)，采用单元素或多元素的标准物质/标准样品。

5.9 内标元素贮备液 ( $\rho = 100 \text{ mg/L}$ )：铷 (Rb)、铯 (Cs)，采用单元素或多元素内标标准物质/标准样品。

5.10 质谱仪调谐溶液 ( $\rho = 10 \text{ } \mu\text{g/L}$ )：宜选用含有 Li、Y、Ce、In、Tl、Bi 等元素的溶液为质谱仪的

调谐溶液。

5.11 氩气 (Ar)：氩气 (不小于 99.99%) 或液氩。

5.12 氦气 (He)：氦气 (不小于 99.999%)。

## 6 仪器和设备

6.1 分析天平：精度为 0.1 mg。

6.2 筛：孔径为 0.149 mm (100 目)。

6.3 滤膜：孔径为 0.45 μm。

6.4 消解容器：聚四氟乙烯材质，50 mL~60 mL。

6.5 石墨消解仪：具温控及阶段升温功能，控温精度为 ±1 °C，最高温度不低于 180 °C。

6.6 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)：能扫描的质量范围为 6 u~240 u，在 10% 峰高处的峰宽应介于 0.6 u~0.8 u 之间。

6.7 离心管：聚乙烯材质，50 mL。

## 7 样品前处理

### 7.1 土壤样品采集和保存

按照 GB/T 36197 要求采集和保存。

### 7.2 土壤样品的制备

采集的土壤样品经风干、缩分、粉碎后，过筛 (6.2)，在 105 °C 下烘 4 h 后，置于干燥器中平衡 1 h，待用。在土壤样品制备过程中，避免使用金属器皿、器具。

### 7.3 试样的制备

称取 0.1 g (精确至 0.1 mg) 土壤样品 (7.2)，置于消解容器 (6.4) 中，滴加 0.5 mL 水润湿样品，加入 3 mL 硝酸 (5.2)，3 mL 氢氟酸 (5.4)，1 mL 高氯酸 (5.5)，置于石墨消解仪 (6.5) 上，加热至 120 °C 并保持 0.5 h，再将温度提升至 140 °C，保持 1 h，再将温度提升至 160 °C，保持 2 h，取下冷却 5 min，再加入 3 mL 硝酸 (5.2)，2 mL 氢氟酸 (5.4)，0.5 mL 高氯酸 (5.5)，在 160 °C 下加热，待所加酸液完全蒸干后加入 2 mL 盐酸溶液 (5.6)，温热溶解残渣，再用水定容至 50 mL，摇匀后立即转移至干燥洁净的离心管 (6.7) 中，保存备用。若样品有机质含量较高，可滴加高氯酸 (5.5)，每次 0.5 mL，直至黑色碳化物消失。

### 7.4 空白试样

不称取土壤样品，按照 7.3 的步骤进行处理，制备空白试样。

## 8 测试步骤

### 8.1 仪器参考测试条件

#### 8.1.1 仪器调谐

点燃等离子体后，仪器预热稳定 30 min。用质谱仪调谐溶液 (5.10) 对仪器的灵敏度、氧化物和双电荷进行调谐，仪器的灵敏度、氧化物、双电荷应满足仪器使用说明书要求。



### 8.1.2 仪器操作条件

仪器操作条件及要求见附录 A 中的表 A.1；元素分析模式见表 A.2。

注：对没有合适消除干扰模式的仪器，采用干扰校正方程对测定结果进行校正，铅、镉、砷、钼、钒等元素干扰校正方程见表 A.3。

### 8.1.3 测定参考条件

在调谐仪器达到测定要求后，编辑测定方法，选择待测元素的质量数，并根据待测元素的性质选择相应的内标元素，待测元素和内标元素选用的质量数见附录 A 中的表 A.4。

### 8.1.4 干扰和消除

质谱型干扰主要包括多原子离子干扰、同量异位素干扰、氧化物和双电荷干扰等。多原子离子干扰可利用干扰校正方程、仪器优化以及碰撞反应池技术加以解决，常见的多原子离子干扰见表 A.5。同量异位素干扰可使用干扰校正方程进行校正，或在分析前对样品采用化学分离等方法进行消除，主要的干扰校正方程见表 A.3。氧化物干扰和双电荷干扰可通过调节仪器参数降低影响。

非质谱型干扰主要包括基体抑制干扰、空间电荷效应干扰、物理效应干扰等，可通过内标校正法、仪器条件优化或标准加入法等措施消除。

## 8.2 校准曲线的制作

分别移取一定体积的标准溶液（5.8）和内标元素贮备液（5.9），用硝酸溶液（5.7）进行稀释，配制成标准溶液系列，标准溶液系列质量浓度见附录 B 中的表 B.1，内标元素浓度见附录 B 中的 B.2。内标元素贮备液（5.9）可直接加入标准溶液系列中，也可在样品雾化之前通过蠕动泵在线加入。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，绘制校准曲线。

## 8.3 测定

### 8.3.1 试样的测定

在与建立校准曲线相同的条件下，取试样（7.3）的上清液或经滤膜（6.3）过滤后的溶液经蠕动泵加入电感耦合等离子体质谱仪（6.6）进行测试，根据待测元素信号值与内标元素响应信号值的比值，在校准曲线上查得待测元素浓度。若样品中待测元素浓度超出校准曲线范围，稀释约 5 倍后重新测定，稀释液使用硝酸溶液（5.7）。

### 8.3.2 空白试样的测定

按照与试样的测定（8.3.1）相同的条件测定空白试样（7.4）。

## 9 结果的计算与表达

### 9.1 结果计算

土壤样品中待测元素的质量分数按公式（1）计算：

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times k}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w$  —— 烘干土壤样品中元素的质量分数，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$\rho_1$  —— 根据校准曲线计算所得试样中元素的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

- $\rho_0$  —— 根据校准曲线计算所得空白试样中元素的质量浓度，单位为微克每升 ( $\mu\text{g/L}$ )；  
 $V$  —— 消解后试样定容体积，单位为毫升 (mL)；  
 $k$  —— 稀释倍数；  
 $m$  —— 烘干土壤样品的质量，单位为克 (g)；  
1 000 —— 单位换算系数。

## 9.2 结果表示

当测定结果不小于 0.100 mg/kg 时，保留三位有效数字；当测定结果小于 0.100 mg/kg 时，保留至小数点后第三位。

## 10 检出限和定量限

土壤样品以 0.1 g 定容体积至 50 mL 计算，各元素的检出限和定量限见表 1。

表 1 检出限和定量限

单位为毫克每千克

序号	元素符号	检出限	定量限
1	Li	0.05	0.2
2	Be	0.001	0.004
3	Sc	0.08	0.3
4	V	0.05	0.2
5	Cr	2	8
6	Mn	1	4
7	Co	0.001	0.004
8	Ni	0.5	2
9	Cu	0.5	2
10	Zn	2	8
11	As	0.3	1
12	Sr	0.9	4
13	Mo	0.03	0.1
14	Cd	0.01	0.04
15	Sb	0.02	0.08
16	Ba	2	8
17	W	0.04	0.2
18	Tl	0.003	0.01
19	Pb	0.4	2
20	Bi	0.01	0.04
21	Th	0.001	0.004
22	U	0.3	1



## 11 质量保证和控制

### 11.1 空白实验

每批样品至少应分析 2 个空白试样。空白试样的平均值应符合下列情况之一才能被认为是可接受的：

- 低于检出限；
- 低于标准限值的 10%；
- 低于每一批样品最低测定值的 10%。

### 11.2 校准有效性检查

每批样品分析均应绘制校准曲线，校准曲线的相关系数  $r \geq 0.999$ 。

每分析 20 个样品应选用一个校准曲线的中间浓度校准溶液进行校准核查，其测定结果与最近一次校准曲线该点浓度的相对偏差应不大于 5%，否则应重新绘制校准曲线。

### 11.3 精密度控制

每 20 个样品或每批次（样品少于 20 个/批时）应分析至少 1 个平行样，平行样品测定结果的精密度应符合表 2 要求。

表 2 土壤平行双样最大允许相对偏差

含量范围 mg/kg	最大允许相对偏差 %
>100	5
>10~100	10
>1.0~10	20
>0.1~1.0	25
≤0.1	30

### 11.4 正确度控制

每批样品至少分析 2 个标准物质/标准样品作为质控样，质控样测定结果与标准物质/标准样品认定值相差不应超过两倍不确定度，否则应重新制备样品。

## 12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

## 附录 A

(资料性)

## ICP-MS 参考条件及干扰消除

ICP-MS 参考操作条件见表 A.1, ICP-MS 元素分析模式见表 A.2, ICP-MS 测定时常用的干扰校正方程见表 A.3, 待测元素选择的质量数和内标元素见表 A.4, ICP-MS 测定中常见的多原子离子的干扰见表 A.5。

表 A.1 ICP-MS 参考操作条件

参数名称	参数	参数名称	参数
射频功率	1 500 W	雾化器	高盐/同心雾化器
等离子体气体流量	15 L/min	采样锥/截取锥	镍/铂锥
载气流量	0.8 L/min	采集模式	跳峰
辅助气流量	0.4 L/min	检测方式	自动
碰撞气流量	4 mL/min~5 mL/min	每峰测定点数	1~3
采样深度	8 mm~10 mm	重复次数	2~3

表 A.2 ICP-MS 元素分析模式

序号	元素符号	分析模式	序号	元素符号	分析模式
1	Li	普通	12	Sr	碰撞
2	Be	普通	13	Mo	碰撞
3	Sc	碰撞	14	Cd	碰撞
4	V	碰撞	15	Sb	碰撞
5	Cr	碰撞	16	Ba	碰撞
6	Mn	碰撞	17	W	碰撞
7	Co	碰撞	18	Tl	碰撞
8	Ni	碰撞	19	Pb	碰撞
9	Cu	碰撞	20	Bi	碰撞
10	Zn	碰撞	21	Th	碰撞
11	As	碰撞	22	U	碰撞

表 A.3 ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程

同位素	干扰校正方程
$^{51}\text{V}$	$^{51}\text{M}-3.127\times(^{53}\text{M}-0.113\times^{52}\text{M})$
$^{75}\text{As}$	$^{75}\text{M}-3.127\times(^{77}\text{M}-0.815\times^{82}\text{M})$
$^{111}\text{Cd}$	$^{111}\text{M}-1.073\times^{108}\text{M}-0.715\times^{106}\text{M}$

表 A.3 ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程 (续)

同位素	干扰校正方程
$^{114}\text{Cd}$	$^{114}M - 0.027 \times ^{118}M - 1.63 \times 10^8 M$
$^{208}\text{Pb}$	$^{206}M + ^{207}M + ^{208}M$

注1: “M” 为元素通用符号。  
注2: 除铅外, 在仪器配备碰撞反应池的条件下, 选用碰撞反应池技术消除干扰时, 忽略上述干扰校正方程。

表 A.4 待测元素选择的质量数和内标元素

序号	元素符号	质量数	内标	序号	元素符号	质量数	内标
1	Li	7	Rh	12	Sr	88	Rh
2	Be	9	Rh	13	Mo	95	Rh
3	Sc	45	Rh	14	Cd	111/114	Rh
4	V	51	Rh	15	Sb	121	Rh
5	Cr	52	Rh	16	Ba	137	Rh
6	Mn	55	Rh	17	W	184	Re
7	Co	59	Rh	18	Tl	205	Re
8	Ni	60	Rh	19	Pb	206/207/208	Re
9	Cu	63	Rh	20	Bi	209	Re
10	Zn	66	Rh	21	Th	232	Re
11	As	75	Rh	22	U	238	Re

表 A.5 ICP-MS 测定中常见的多原子离子的干扰

多原子离子	质量数	受干扰元素	多原子离子	质量数	受干扰元素
$^{44}\text{Ca}^{16}\text{H}^+$ , $^{28}\text{Si}^{16}\text{O}^{16}\text{H}^+$	45	Sc	$^{40}\text{Ar}^{23}\text{Na}^+$ , $^{14}\text{N}^{12}\text{C}^{37}\text{Cl}^+$ , $^{47}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$	63	Cu
$^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}^+$	51	V	$^{50}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$ , $^{40}\text{Ar}^{26}\text{Mg}^+$	66	Zn
$^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$ , $^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ , $^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}^{16}\text{H}^+$	52	Cr	$^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$ , $^{40}\text{Ca}^{35}\text{Cl}^+$	75	As
$^{40}\text{Ar}^{14}\text{N}^{16}\text{H}^+$ , $^{39}\text{K}^{16}\text{O}^+$	55	Mn	$^{79}\text{Br}^{16}\text{O}^+$	95	Mo
$^{43}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$ , $^{40}\text{Ar}^{18}\text{O}^{16}\text{H}^+$	59	Co	$^{94}\text{Zr}^{16}\text{O}^{16}\text{H}^+$ , $^{95}\text{Mo}^{16}\text{O}^+$ , $^{94}\text{Mo}^{16}\text{O}^{16}\text{H}^+$	111	Cd
$^{44}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$ , $^{23}\text{Na}^{37}\text{Cl}^+$	60	Ni	$^{97}\text{Mo}^{16}\text{O}^{16}\text{H}^+$ , $^{98}\text{Mo}^{16}\text{O}^+$	114	Cd

## 附录 B

(资料性)

## 待测元素和内标元素标准溶液质量浓度

B.1 元素标准溶液系列质量浓度见表 B.1。

表 B.1 元素标准溶液系列质量浓度

单位为微克每升

序号	元素符号	标准系列质量浓度				
		系列1	系列2	系列3	系列4	系列5
1	Li	0	1	10	50	200
2	Be	0	0.5	1	10	50
3	Sc	0	0.5	1	10	50
4	V	0	1	10	100	500
5	Cr	0	1	10	50	200
6	Mn	0	1	10	100	500
7	Co	0	0.5	1	10	50
8	Ni	0	1	10	50	200
9	Cu	0	1	10	50	200
10	Zn	0	1	10	100	500
11	As	0	1	10	50	200
12	Sr	0	1	10	100	500
13	Mo	0	0.5	1	10	50
14	Cd	0	0.5	1	10	50
15	Sb	0	0.5	1	10	50
16	Ba	0	1	10	100	500
17	W	0	0.5	1	10	50
18	Tl	0	0.5	1	10	50
19	Pb	0	1	10	100	500
20	Bi	0	0.5	1	10	50
21	Th	0	0.5	1	10	50
22	U	0	0.5	1	10	50

## B.2 内标元素参考浓度

试样中内标元素参考浓度范围为 10  $\mu\text{g/L}$ ~100  $\mu\text{g/L}$ ，测定 Li、Be 时宜接近参考浓度范围上限。

中华人民共和国  
国家标准  
土壤质量 土壤中 22 种元素的测定  
酸溶-电感耦合等离子体质谱法  
GB/T 44343—2024

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号 (100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室: (010) 68533533 发行中心: (010) 51780238

读者服务部: (010) 68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

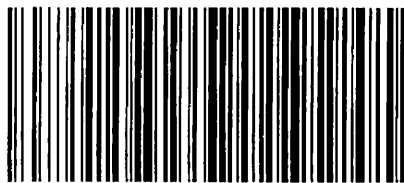
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字  
2024 年 8 月第一版 2024 年 8 月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-76168 定价 31.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话: (010) 68510107



GB/T 44343-2024

