

中华人民共和国国家标准

土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 17138—1997

Soil quality—Determination of copper,
zinc—Flame atomic absorption spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定土壤中铜、锌的火焰原子吸收分光光度法。
- 1.2 本标准的检出限(按称取 0.5 g 试样消解定容至 50 mL 计算)为:铜 1 mg/kg, 锌 0.5 mg/kg。
- 1.3 当土壤消解液中铁含量大于 100 mg/L 时,抑制锌的吸收,加入硝酸镧可消除共存成分的干扰。含盐类高时,往往出现非特征吸收,此时可用背景校正加以克服。

2 原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸全分解的方法,彻底破坏土壤的矿物晶格,使试样中的待测元素全部进入试液中。然后,将土壤消解液喷入空气-乙炔火焰中。在火焰的高温下,铜、锌化合物离解为基态原子,该基态原子蒸气对相应的空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收。在选择的最佳测定条件下,测定铜、锌的吸光度。

3 试剂

本标准所使用的试剂除另有说明外,均使用符合国家标准和分析纯试剂和去离子水或同等纯度的水。

- 3.1 盐酸(HCl): $\rho=1.19$ g/mL,优级纯。
- 3.2 硝酸(HNO₃): $\rho=1.42$ g/mL,优级纯。
- 3.3 硝酸溶液,1+1;用(3.2)配制。
- 3.4 硝酸溶液,体积分数为 0.2%;用 3.2 配制。
- 3.5 氢氟酸(HF): $\rho=1.49$ g/mL。
- 3.6 高氯酸(HClO₄): $\rho=1.68$ g/mL,优级纯。
- 3.7 硝酸镧[La(NO₃)₃·6H₂O]水溶液,质量分数为 5%。
- 3.8 铜标准储备液,1.000 mg/mL:称取 1.000 0 g(精确至 0.000 2 g)光谱纯金属铜于 50 mL 烧杯中,加入硝酸溶液(3.3)20 mL,温热,待完全溶解后,转至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至标线,摇匀。
- 3.9 锌标准储备液,1.000 mg/mL:称取 1.000 0 g(精确至 0.000 2 g)光谱纯金属锌粒于 50 mL 烧杯中,用 20 mL 硝酸溶液(3.3)溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至标线,摇匀。
- 3.10 铜、锌混合标准使用液,铜 20.0 mg/L,锌 10.0 mg/L:用硝酸溶液(3.4)逐级稀释铜、锌标准储备液(3.8)、(3.9)配制。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器和以下仪器。
 4.2 原子吸收分光光度计(带有背景校正器)。
 4.3 铜空心阴极灯。
 4.4 锌空心阴极灯。
 4.5 乙炔钢瓶。
 4.6 空气压缩机,应备有除水、除油和除尘装置。
 4.7 仪器参数

不同型号仪器的最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。通常本标准采用表1中的测量条件。

表1 仪器测量条件

| 元 素 | 铜 | 锌 |
|-------------|--------------|-------|
| 测定波长(nm) | 324.8 | 213.8 |
| 通带宽度(nm) | 1.3 | 1.3 |
| 灯电流(mA) | 7.5 | 7.5 |
| 火焰性质 | 氧化性 | 氧化性 |
| 其他可测定波长(nm) | 327.4, 225.8 | 307.6 |

5 样品

将采集的土壤样品(一般不少于500 g)混匀后用四分法缩分至约100 g。缩分后的土样经风干(自然风干或冷冻干燥)后,除去土样中石子和动植物残体等异物,用木棒(或玛瑙棒)碾压,通过2 mm尼龙筛(除去2 mm以上的砂砾),混匀。用玛瑙研钵将通过2 mm尼龙筛的上样研磨至全部通过100目(孔径0.149 mm)尼龙筛,混匀后备用。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

准确称取0.2~0.5 g(精确至0.000 2 g)试样于50 mL聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿后加入10 mL盐酸(3.1),于通风橱内的电热板上低温加热,使样品初步分解,待蒸发至约剩3 mL左右时,取下稍冷,然后加入5 mL硝酸(3.2),5 mL氢氟酸(3.5),3 mL高氯酸(3.6),加盖后于电热板上中温加热。1 h后,开盖,继续加热除硅,为了达到良好的飞硅效果,应经常摇动坩埚。当加热至冒浓厚白烟时,加盖,使黑色有机碳化物分解。待坩埚壁上的黑色有机物消失后,开盖驱赶高氯酸白烟并蒸至内容物呈粘稠状。视消解情况可再加入3 mL硝酸(3.2),3 mL氢氟酸(3.5)和1 mL高氯酸(3.6),重复上述消解过程。当白烟再次基本冒尽且坩埚内容物呈粘稠状时,取下稍冷,用水冲洗坩埚盖和内壁,并加入1 mL硝酸溶液(3.3)温热溶解残渣。然后将溶液转移至50 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸镉溶液(3.7),冷却后定容至标线摇匀,备测。

由于土壤种类较多,所含有机质差异较大,在消解时,要注意观察,各种酸的用量可视消解情况酌情增减。土壤消解液应呈白色或淡黄色(含铁量高的土壤),没有明显沉淀物存在。

注意:电热板温度不宜太高,否则会使聚四氟乙烯坩埚变形。

6.2 测定

按照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件,测定试液的吸光度。

6.3 空白试验

用去离子水代替试样,采用和(6.1)相同的步骤和试剂,制备全程序空白溶液。并按步骤(6.2)进行

测定。每批样品至少制备 2 个以上的空白溶液。

6.4 校准曲线

参考表 2, 在 50 mL 容量瓶中, 各加入 5 mL 硝酸镧溶液(3.7), 用硝酸溶液(3.4)稀释混合标准使用液(3.10), 配制至少 5 个标准工作溶液, 其浓度范围应包括试液中铜、锌的浓度。按步骤(6.2)中的条件由低到高浓度测定其吸光度。

用减去空白的吸光度与相对应的元素含量(mg/L)绘制校准曲线。

表 2 校准曲线溶液浓度

| | | | | | | |
|-------------------|------|------|------|------|------|------|
| 混合标准使用液加入体积, mL | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 5.00 |
| 校准曲线溶液浓度 Cu, mg/L | 0.00 | 0.20 | 0.40 | 0.80 | 1.20 | 2.00 |
| 校准曲线溶液浓度 Zn, mg/L | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 1.00 |

7 结果的表示

土壤样品中铜、锌的含量 W [Cu(Zn), mg/kg] 按式(1)计算:

$$W = \frac{c \cdot V}{m(1-f)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——试液的吸光度减去空白试验的吸光度, 然后在校准曲线上查得铜、锌的含量, mg/L;
 V ——试液定容的体积, mL;
 m ——称取试样的重量, g;
 f ——试样的水分含量, %。

8 精密度和准确度

多个实验室用本方法分析 ESS 系列土壤标样中铜、锌的精密度和准确度见表 3。

表 3 方法的精密度和准确度

| 元素 | 实验室数 | 土壤标样 | 保证值 mg/kg | 总均值 mg/kg | 室内相对标准偏差 % | 室间相对标准偏差 % | 相对误差 % |
|----|------|-------|--------------|--------------|---------------|---------------|-----------|
| Cu | 35 | ESS-1 | 20.9±0.8 | 20.7 | 2.3 | 6.8 | -0.96 |
| | 34 | ESS-3 | 29.4±1.6 | 29.2 | 2.0 | 4.8 | -0.68 |
| | 30 | ESS-4 | 26.3±1.7 | 25.6 | 2.3 | 3.9 | -2.7 |
| Zn | 32 | ESS-1 | 55.2±3.4 | 56.2 | 2.8 | 7.3 | 1.8 |
| | 31 | ESS-3 | 89.3±4.0 | 88.4 | 1.6 | 5.0 | -1.0 |
| | 31 | ESS-4 | 69.1±3.5 | 68.1 | 3.2 | 4.1 | -1.4 |

附录 A
(标准的附录)
土样水分含量测定

A1 称取通过 100 目筛的风干土样 5~10 g(准确至 0.01 g),置于铝盒或称量瓶中,在 105℃烘箱中烘 4~5 h,烘干至恒重。

A2 以百分数表示的风干土样水分含量 f 按式(A1)计算:

$$f(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: f ——土样水分含量,%;
 W_1 ——烘干前土样重量,g;
 W_2 ——烘干后土样重量,g。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。
本标准由中国环境监测总站负责起草。
本标准主要起草人刘京、齐文启。
本标准由中国环境监测总站负责解释。