

中华人民共和国国家标准

土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

GB/T 17141 - 1997

Soil quality—Determination of lead,
cadmium—Graphite furnace 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铅、镉的石墨炉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:铅 0.1 mg/kg, 镉 0.01 mg/kg。
- 1.3 使用塞曼法、自吸收法和氘灯法扣除背景,并在磷酸氢二铵或氯化铵等基体改进剂存在下,直接测定试液中的痕量铅、镉未见干扰。

2 原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸全消解的方法,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。然后,将试液注入石墨炉中。经过预先设定的干燥、灰化、原子化等升温程序使共存基体成分蒸发除去,同时在原子化阶段的高温下铅、镉化合物离解为基态原子蒸气,并对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,通过背景扣除,测定试液中铅、镉的吸光度。

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+5: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 磷酸氢二铵((NH₄)₂HPO₄)(优级纯)水溶液,重量分数为 5%。
- 3.8 铅标准储备液,0.500 mg/mL:准确称取 0.500 0 g(精确至 0.000 2 g)光谱纯金属铅于 50 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.3),微热溶解。冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至标线,摇匀。
- 3.9 镉标准储备液,0.500 mg/mL:准确称取 0.500 0 g(精确至 0.000 2 g)光谱纯金属镉粒于 50 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.3),微热溶解。冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至标线,摇匀。
- 3.10 铅、镉混合标准使用液,铅 250 μ g/L、镉 50 μ g/L:临用前将铅、镉标准储备液(3.8)、(3.9),用硝酸溶液(3.4)经逐级稀释配制。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器和以下仪器。
- 4.2 石墨炉原子吸收分光光度计(带有背景扣除装置)。
- 4.3 铅空心阴极灯。
- 4.4 镉空心阴极灯。
- 4.5 氩气钢瓶。
- 4.6 10 μL 手动进样器。
- 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。通常本标准采用的测量条件见表1。

表1 仪器测量条件

元 素	铅	镉
测定波长(nm)	283.3	228.8
通带宽度(nm)	1.3	1.3
灯电流(mA)	7.5	7.5
干燥($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	80~100/20	80~100/20
灰化($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	700/20	500/20
原子化($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	2 000/5	1 500/5
清除($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	2 700/3	2 600/3
氩气流量(mL/min)	200	200
原子化阶段是否停气	是	是
进样量(μL)	10	10

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)研压,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尼龙筛的土样研磨至全部通过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0.1~0.3 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5 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,当蒸发至约2~3 mL时,取下稍冷,然后加入5 mL硝酸(3.2),4 mL氢氟酸(3.5),2 mL高氯酸(3.6),加盖后于电热板上中温加热1 h左右,然后开盖,继续加热除硅,为了达到良好的飞硅效果,应经常摇动坩埚。当加热至冒浓厚高氯酸白烟时,加盖,使黑色有机碳化物充分分解。待坩埚上的黑色有机物消失后,开盖驱赶白烟并蒸至内容物呈粘稠状。视消解情况,可再加入2 mL硝酸(3.2),2 mL氢氟酸(3.5),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25 mL容量瓶中,加入3 mL磷酸氢二铵溶液(3.7)冷却后定容,摇匀备测。

由于土壤种类多,所含有机质差异较大,在消解时,应注意观察,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(含铁较高的土壤),没有明显沉淀物存在。

注意:电热板的温度不宜太高,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

准确移取铅、镉混合标准使用液(3.10)0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00 mL于25 mL容量瓶中。加入3.0 mL磷酸氢二铵溶液(3.7),用硝酸溶液(3.4)定容。该标准溶液含铅0、5.0、10.0、20.0、30.0、50.0 $\mu\text{g/L}$,含镉0、1.0、2.0、4.0、6.0、10.0 $\mu\text{g/L}$ 。按(6.2)中的条件由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。

用减去空白的吸光度与相对应的元素含量($\mu\text{g/L}$)分别绘制铅、镉的校准曲线。

7 结果的表示

土壤样品中铅、镉的含量 $W(\text{Pb}(\text{Cd}), \text{mg/kg})$ 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铅、镉的含量, $\mu\text{g/L}$;

V ——试液定容的体积, mL;

m ——称取试样的重量, g;

f ——试样中水分的含量, %。

8 精密度和准确度

多个实验室用本方法分析 ESS 系列土壤标样中铅、镉的精密度和准确度见表 2。

表 2 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 %
Pb	19	ESS-1	23.6±1.2	23.7	4.2	7.3	0.42
	21	ESS-3	33.3±1.3	33.7	3.9	8.6	1.2
Cd	25	ESS-1	0.083±0.011	0.080	3.6	6.2	-3.6
	28	ESS-3	0.044±0.014	0.045	4.1	8.4	2.3

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。
本标准主要起草人齐文启、刘京。
本标准由中国环境监测总站负责解释。