

ICS 13.080

Z 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 17141—1997

土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

Soil quality—Determination of lead, cadmium—Graphite
furnace atomic absorption spectrophotometry

1997-12-08 发布

1998-05-01 实施

国家环境保护局 发布
国家技术监督局

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等同纯度的水。

- 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 0.5000 g (精确至 0.0002 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 1000 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 0.5000 g (精确至 0.0002 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 1000 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 ($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	2000/5	1500/5
清除 ($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	2700/3	2600/3
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 0.0002 g) 试样于 50 ml 聚四氟乙烯坩锅中, 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 小时左右, 然后开盖, 继续加热除硅, 为了达到良好的飞硅效果, 应经常摇动坩锅。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。待坩锅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, 用水冲洗坩锅盖和内壁, 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 (Pb (Cd), mg/kg) 按下式计算:

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

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

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 按下式计算:

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

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。

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

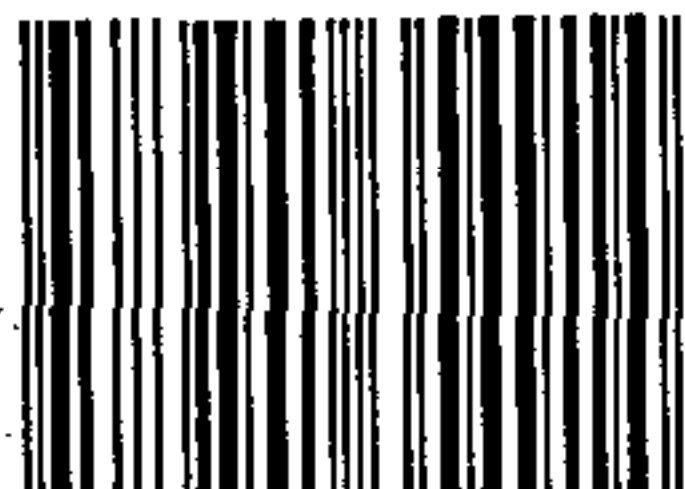
*

中国环境科学出版社出版发行
(100036 北京海淀区普惠南里14号)
北京联华印刷厂印刷
版权专有 不得翻印

*

1998年2月第一版 开本 880×1230 1/16
1998年2月第一次印刷 印张 1/2
印数 1—3 500 字数 16千字
ISBN 7-80135-491-5/X • 1300

ISBN 7-80135-491-5



9 787801 354914 >