

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0.5g试样消解定容至50ml计算)为:铅0.1mg/kg, 镉0.01mg/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), $\rho=1.19\text{g/ml}$, 优级纯。
3.2 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42\text{g/ml}$, 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), $\rho=1.10\text{g/ml}$ 。
3.6 高氯酸(HClO_4), $\rho=1.68\text{g/ml}$, 优级纯。
3.7 磷酸氢二铵($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) (优级纯)水溶液, 重量分数为5%。
3.8 铅标准储备液, 0.500mg/ml: 准确称取0.5000g(精确至0.0002g)光谱纯金属铅于50ml烧杯中,加入20ml硝酸溶液(3.3),微热溶解。冷却后转移至1000ml容量瓶中,用水定容至标线,摇匀。
3.9 镉标准储备液, 0.500mg/ml: 准确称取0.5000g(精确至0.0002g)光谱纯金属镉于50ml烧杯中,加入20ml硝酸溶液(3.3),微热溶解。冷却后转移至1000ml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 $\mu\text{g/L}$ 、镉50 $\mu\text{g/L}$: 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 氦气钢瓶。
 4.6 10 μ l 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)	2833	2255
通带宽度(nm)	.3	3
灯电流(mA)	7.5	7.5
干燥($^{\circ}$ C/s)	53~100/20	80~100/20
灰化($^{\circ}$ C/s)	73c/20	500/20
原子化($^{\circ}$ C/s)	2900/5	500/5
清除($^{\circ}$ C/s)	2700/3	260C/3
氦气流量(ml/min)	200	200
原子化阶段是否停气	是	是
进样量(μ l)	10	10

5 样品

将采集的土壤样品(一般不少于500g)混匀后用四分法缩分至约00g。缩分后的土样经风干(自然风干或冷冻干燥)后,除去上样中石子和动植物残体等异物,用木棒(或玛瑙棒)研压,通过2mm 尼龙筛(除去2mm 以上的砂砾),混匀。用玛瑙研钵将通过2mm 尼龙筛的土样研磨至全部通过00目(孔径0.149mm) 尼龙筛,混匀后备用。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

准确称取0.1~0.3g(精确至0.0002g) 试样于50ml 聚四氟乙烯坩锅中,用水润湿后加入5ml 盐酸(3.),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2~3ml 时,取下稍冷,然后加入5ml 硝酸(3.2), Δ ml 氢氟酸(3.5),2ml 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2ml 硝酸(3.2),2ml 氢氟酸(3.5), 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1ml 硝酸溶液(3.3)温热溶解残渣。然后将溶液转移至25ml 容量瓶中,加入3ml 磷酸氢二铵溶液(3.7)冷却后定容,摇匀备测。

土样水分含量测定

A1 称取通过100目筛的风干土样5~“0 g (准确至0.01 g), 置于铝盒或称量瓶中, 在105℃烘箱中烘4~5h, 烘干至恒重。

A2 以百分数表示的风干土样水分含量了按下式计算:

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

式中: f——土样水分含量, %;

W₁——烘干前土样重量, g;

W₂ —— 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。