

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 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)	283.3	228.8
通带宽度 (nm)	1.3	1.3
灯电流 (mA)	7.5	7.5
干燥 (°C/s)	80~100/20	80~100/20
灰化 (°C/s)	700/20	500/20
原子化 (°C/s)	2300/5	1800/5
清除 (°C/s)	2700/3	2600/3
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 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 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:

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

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
	27	ESS-3	33.3 ± 1.3	33.7	3.9	8.6	1.2
Cd	25	ESS-1	0.053 ± 0.011	0.050	3.6	6.2	-3.6
	28	ESS-3	0.044 ± 0.014	0.045	4.7	9.4	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。