



中华人民共和国国家标准

GB/T 23739—2009

土壤质量 有效态铅和镉的测定 原子吸收法

Soil quality—Analysis of available lead and cadmium contents in soils—
Atomic absorption spectrometry

2009-05-12 发布

2009-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准主要起草单位：农业部环境保护科研监测所。

本标准主要起草人：刘凤枝、刘铭、蔡彦明、杨艳芳、徐亚平、刘岩、刘保峰、战新华。

土壤质量 有效态铅和镉的测定

原子吸收法

1 范围

本标准规定了土壤中有效态铅和镉的原子吸收光谱测定方法。

本标准适用于土壤中有效态铅和镉的测定。土壤中的有效态铅适用于火焰原子吸收分光光度法；土壤中的有效态镉含量在 0.5 mg/kg 以上适用于火焰原子吸收分光光度法；土壤中的有效态镉含量在 0.5 mg/kg 以下适用于石墨炉原子吸收分光光度法。

2 原理

用 DTPA(二乙三胺五乙酸)提取剂浸提出土壤中铅和镉,其含量与作物对铅和镉的吸收有较高的相关性。DTPA 能迅速与铅、镉等离子生成水溶性化合物,在特制的空心阴极灯照射下,气态中基态金属原子吸收特定波长的能量而跃迁到较高能级状态,光路中基态原子的数量越多,对其特征辐射能量的吸收就越大,且与该原子的密度成正比,最后根据标准系列进行定量计算。

3 试剂

本标准所使用的试剂除另有说明外,均为分析纯试剂,实验用水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水,所用玻璃器皿使用前应用稀硝酸浸泡 2 h~4 h,然后用水冲洗干净并晾干。

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):用硝酸(3.2)配制。

3.4 硝酸溶液(体积分数为 3%):用硝酸(3.2)配制。

3.5 盐酸溶液(6 mol/L):用盐酸(3.1)配制。

3.6 镉标准贮备溶液:称取 1.000 0 g(精确至 0.000 2 g)光谱纯金属镉于 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,此溶液镉的含量为 1 000 mg/L(有条件的单位可以到国家认可的部门直接购买标准贮备溶液)。

3.7 铅标准贮备溶液:称取 1.000 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,此溶液铅的含量为 1 000 mg/L(有条件的单位可以到国家认可的部门直接购买标准贮备溶液)。

3.8 镉标准工作溶液(火焰法):吸取 1 000 mg/L 镉标准贮备溶液(3.6),用硝酸溶液(3.4)逐级稀释至 10 mg/L,此溶液作为镉的标准工作液。

3.9 铅标准工作溶液(火焰法):吸取 1 000 mg/L 铅标准贮备溶液(3.7),用硝酸溶液(3.4)逐级稀释至 50 mg/L,此溶液作为铅的标准工作液。

3.10 镉标准工作溶液(石墨炉法):吸取 1 000 mg/L 镉标准贮备溶液(3.6),用硝酸溶液(3.4)逐级稀释至 0.05 mg/L,此溶液作为镉的标准工作液,临用前配制。

3.11 DTPA 提取剂(0.005 mol/L DTPA-0.1 mol/L TEA(三乙醇胺)-0.01 mol/L CaCl₂):称取 1.967 g DTPA 溶于 14.92 g(13.3 mL)TEA 和少量水中,再将 1.11 g 氯化钙(CaCl₂)溶于水中,一并转入 1 000 mL 容量瓶中,加水至约 950 mL,用 6 mol/L 盐酸溶液(3.5)调节 pH 至 7.30(每升提取剂需加 6 mol/L 盐酸溶液约 8.5 mL),最后用水定容,贮存于塑料瓶中。

4 仪器和设备

- 4.1 原子吸收分光光度计。
4.2 铅、镉空心阴极灯。
4.3 往复振荡器。
4.4 离心机(50 mL~100 mL 离心管)。

5 分析步骤

5.1 试液的制备

称取 5.00 g 通过 2 mm 孔径筛的风干土壤样品,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,用移液管加入 25.00 mL DTPA 提取剂(3.11),在室温(25 °C±2 °C左右)下放入水平式往复振荡器上,每分钟往复振荡 180 次,提取 2 h。取下,离心或干过滤,最初滤液 5 mL~6 mL 弃去,再滤下的滤液上机测定。

5.2 空白试验

采用与 5.1 相同的试剂和步骤,每批样品至少制备 2 个以上空白溶液。

5.3 标准曲线

5.3.1 镉的标准曲线(火焰法):分别吸取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 镉标准工作液(3.8)于 50 mL 容量瓶中,用 DTPA 提取剂(3.11)稀释至刻度,摇匀。此标准系列,相当于镉的质量浓度分别为 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、1.00 mg/L,适用一般样品测定。

5.3.2 铅的标准曲线(火焰法):分别吸取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 铅标准工作液(3.9)于 50 mL 容量瓶中,用 DTPA 提取剂(3.11)稀释至刻度,摇匀。此标准系列,相当于铅的质量浓度分别为 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、5.00 mg/L,适用一般样品测定。

5.3.3 镉的标准曲线(石墨炉法):分别吸取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 镉标准工作液(3.10)于 50 mL 容量瓶中,用 DTPA 提取剂(3.11)稀释至刻度,摇匀。此标准系列,相当于镉的质量浓度分别为 0.00 μg/L、0.50 μg/L、1.00 μg/L、2.00 μg/L、3.00 μg/L、5.00 μg/L,适用一般样品测定(带自动进样器的,标准曲线可由仪器自行完成)。

5.4 仪器参考条件

5.4.1 铅、镉火焰原子吸收法仪器参考条件,见表 1。

表 1 铅、镉火焰原子吸收法仪器参考条件

元素	Pb	Cd
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
测量方法	标准曲线	
火焰性质	空气-乙炔火焰	

5.4.2 镉石墨炉原子吸收法仪器参考条件,见表 2。

表 2 镉石墨炉原子吸收法仪器参考条件

元素	Cd	元素	Cd
测定波长/nm	228.8	原子化/(°C/s)	1 500/2
通带宽度/nm	1.3	清除/(°C/s)	2 400/3
灯电流/mA	7.5	原子化阶段 是否停气	是
干燥/(°C/s)	85-130/30		
灰化/(°C/s)	500/20	进样量/μL	15

5.5 测定

将仪器调至最佳工作条件,上机测定,测定顺序为先标准系列各点,然后样品空白、试样。

6 结果表示

6.1 火焰法测定土壤样品中有效态铅、镉含量,以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从校准曲线上查得有效态铅、镉的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——试剂空白溶液的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样品所使用提取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

重复试验结果以算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

6.2 石墨炉法测定土壤样品中有效态镉含量,以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——从校准曲线上查得有效态镉的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——试剂空白溶液的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——样品所使用提取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

1 000——将 μg 换算为 mg 的系数。

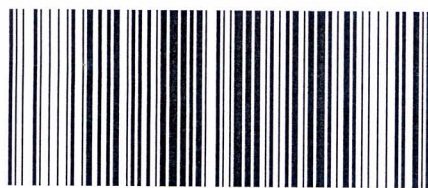
重复试验结果以算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

7 精密度

本方法测定土壤样品中有效态铅、镉的允许精密度,见表 3。

表 3 土壤中有效态铅、镉测定结果允许精密度

元素	测定值范围/ (mg/kg)	实验室内绝对偏差/ (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%
Cd	<0.1	0.03	±30	±40
	0.1~0.4	0.08	±20	±30
	>0.4	0.1	±10	±20
Pb	<20	1	±20	±30
	20~40	1.5	±10	±20
	>40	2	±5	±15



GB/T 23739-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38112

定价: 14.00 元