

ICS 13.080
Z 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 17139—1997

土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法

Soil quality—Determination of nickel—
Flame 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 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 17139—1997

Soil quality—Determination of nickel—
Flame 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镍的火焰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 5 mg/kg。
- 1.3 干扰
 - 1.3.1 使用 232.0 nm 线作为吸收线，存在波长距离很近的镍三线，应选用较窄的光谱通带予以克服。
 - 1.3.2 232.0 nm 线处于紫外区，盐类颗粒物、分子化合物产生的光散射和分子吸收比较严重，会影响测定，使用背景校正可以克服这类干扰。如浓度允许亦可用将试液稀释的方法来减少背景干扰。

2 原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸全分解的方法，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，将土壤消解液喷入空气-乙炔火焰中。在火焰的高温下，镍化合物离解为基态原子，基态原子蒸气对镍空心阴极灯发射的特征谱线 232.0 nm 产生选择性吸收。在选择的最佳测定条件下，测定镍的吸光度。

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+1；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 镍标准储备液，1.000 mg/ml：称取光谱纯镍粉 1.0000 g（精确至 0.0002 g）于 50 ml 烧杯中，加硝酸溶液（3.3）20 ml，温热，待完全溶解后，全量转移至 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。
- 3.8 镍标准使用液，50 mg/L：移取镍标准储备液（3.7）10.00 ml 于 200 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（3.4）稀释至标线，摇匀。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器和以下仪器。
- 4.2 原子吸收分光光度计（带有背景校正装置）。

国家环境保护局 1997-07-30 批准

1998-05-01 实施

- 4.3 镍空心阴极灯。
 4.4 乙炔钢瓶。
 4.5 空气压缩机, 应有除水、除油和除尘装置。
 4.6 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。表 1 列出本标准通常采用的测量条件。

表 1 仪器测量条件

元 素	镍
测定波长 (nm)	232.0
通带宽度 (nm)	0.2
灯电流 (mA)	12.5
火焰性质	中性

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) 碾压, 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 0.2~0.5 g (精确至 0.0002 g) 试样于 50 ml 聚四氟乙烯坩埚中, 用水润湿后加入 10 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, 待蒸发至约剩 3 ml 左右时, 取下稍冷, 然后加入 5 ml 硝酸 (3.2), 5 ml 氢氟酸 (3.5), 3 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, 使黑色有机碳化物分解。待坩埚壁上的黑色的有机物消失后, 开盖, 驱赶白烟并蒸至内容物呈粘稠状。视消解情况, 可再补加 3 ml 硝酸 (3.2), 3 ml 氢氟酸 (3.5), 1 ml 高氯酸 (3.6), 重复以上消解过程。当白烟再次冒尽且内容物呈粘稠状时, 取下稍冷, 用水冲洗内壁及坩埚盖, 并加入 1 ml 硝酸溶液 (3.3) 温热溶解残渣。然后全量转移至 50 ml 容量瓶中, 冷却后定容至标线, 摇匀, 备测。

由于土壤种类较多, 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

用去离子水代替试样, 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 个以上空白溶液。

6.4 校准曲线

准确移取镍标准使用液 (3.8) 0.00、0.20、0.50、1.00、2.00、3.00 ml 于 50 ml 容量瓶中, 用硝酸溶液 (3.4) 定容至标线, 摇匀, 其浓度为 0、0.2、0.5、1.0、2.0、3.0 mg/L。此浓度范围应包括试液中镍的浓度。按 (6.2) 中的条件由低到高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 (mg/L) 绘制校准曲线。

7 结果的表示

土壤样品中镍的含量 W (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镍的含量 (mg/L);

V ——试液定容的体积 (ml);

m ——称取试样的重量 (g);

f ——试样水分的含量 (%)。

8 精密度和准确度

多个实验室用本方法分析 ESS 系列土壤标样中镍的精密度和准确度见表 2。

表 2 方法的精密度和准确度

土壤标样	实验室数	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 %
ESS-1	29	29.6 ± 1.8	29.1	2.5	8.4	-1.7
ESS-3	32	33.7 ± 2.1	34.0	2.6	6.0	0.89
ESS-4	33	32.8 ± 1.7	34.1	2.9	9.1	4.0

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。

本标准主要起草人刘京、齐文启。

本标准由中国环境监测总站负责解释。