

ICS 13.080

CCS Z 18

# DB42

湖 北 省 地 方 标 准

DB42/T 1622—2021

## 土壤中铅、铬、铜、镍、锌全量的测定 电感耦合等离子发射光谱法

Determination of lead, chromium, copper, nickel and zinc in soil—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

地方标准信息服务平台

2020 - 12 - 30 发布

2021 - 02 - 28 实施

湖北省市场监督管理局 发布



## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 试剂与材料 .....	1
5.1 试剂 .....	1
5.2 试剂配制 .....	1
5.3 标准溶液及配制 .....	2
6 仪器与设备 .....	2
7 试样与空白 .....	2
7.1 试样溶液的制备 .....	2
7.2 空白 .....	2
7.3 平行试验 .....	2
8 测定步骤 .....	2
8.1 仪器的准备 .....	2
8.2 混合工作曲线的绘制 .....	3
8.3 试样和空白测定 .....	3
9 结果计算与表示 .....	3
10 精密度 .....	3
11 其他 .....	3
12 废物处理 .....	4
附录 A（资料性） 5 种重金属元素检测的条件与要求 .....	5



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由湖北省农业科学院提出。

本文件由湖北省农业科学院归口。

本文件起草单位：湖北省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、湖北省农业科学院植保土肥研究所。

本文件主要起草人：易甜、姚晶晶、崔文文、张富林、王明锐、彭立军、周有祥、王爱华、路磊、张惠贤、李葳。

本文件实施应用中的疑问，可咨询湖北省农业科学院，联系电话：027-87388218，邮箱：943805135@qq.com；对本文件的有关修改意见建议请反馈至湖北省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所，联系电话：027-87389465，邮箱：zhibiaosuo204@163.com。

地方标准信息服务平台



# 土壤中铅、铬、铜、镍、锌全量的测定

## 电感耦合等离子发射光谱法

**警告：**实验中使用的硝酸、高氯酸、过氧化氢具有强氧化性和强腐蚀性，盐酸、氢氟酸具有强挥发性和强腐蚀性，操作时应按要求佩戴防护器具，试剂配制及试样预处理应在通风橱内进行，避免吸入和直接接触皮肤、衣物。

### 1 范围

本文件规定了用电感耦合等离子发射光谱仪（ICP-AES）测定土壤中铅、铬、铜、镍、锌的方法。本文件适用农用地中铅、铬、铜、镍、锌全量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 620 化学试剂 氢氟酸

GB/T 623 化学试剂 高氯酸

GB/T 626 化学试剂 硝酸

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法原理

待测元素在等离子炬中被气化、电离、激发辐射出特征谱线，在一定浓度范围内，其特征谱线的强度与元素的浓度成正比。

### 5 试剂与材料

#### 5.1 试剂

5.1.1 硝酸（ $\text{HNO}_3$ ），所使用的硝酸应符合 GB/T 626 的规定。

5.1.2 氢氟酸（ $\text{HF}$ ），所使用的氢氟酸应符合 GB/T 620 的规定。

5.1.3 高氯酸（ $\text{HClO}_4$ ），使用的高氯酸应符合 GB/T 623 的规定。

#### 5.2 试剂配制

5.2.1 除非另有说明，本文件中所用试剂均为优级纯，水和溶液的配制采用 GB/T 6682 中规定的一级

水。

5.2.2 硝酸-高氯酸混合酸（体积比 4:1）：取 400 mL 硝酸慢慢加入 100 mL 高氯酸中。

5.2.3 硝酸溶液（体积比 1:1）：取 500 mL 硝酸慢慢加入 500 mL 水中。

5.2.4 硝酸溶液（体积比 5:95）：取 50 mL 硝酸慢慢加入 950 mL 水中。

### 5.3 标准溶液及配制

5.3.1 元素储备液（1000 mg/L 或 100 mg/L）：铅、铬、铜、镍、锌，采用国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备液。

5.3.2 混合标准工作液：吸取适量多元素标准溶液储备液，用硝酸溶液（见 5.2.4）逐级稀释配成混合标准工作液系列，参考浓度范围见表 1。

表1 土壤中铅、铬、铜、镍、锌含量测定的标准溶液参考浓度范围

元素名称	浓度范围（mg/L）
铅（Pb）、铬（Cr）、铜（Cu）、镍（Ni）、锌（Zn）	0.00~2.00

5.4 氩气（Ar）：高纯氩气（ $\geq 99.995\%$ ）。

5.5 滤纸：定量滤纸。

## 6 仪器与设备

6.1 电感耦合等离子发射光谱仪（ICP-AES）。

6.2 温控电热板：具温控功能（控温精度  $\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ ），可控温度  $50\text{ }^\circ\text{C}\sim 300\text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.3 电子天平（感量 0.1 mg）、试验筛、容量瓶、聚四氟乙烯坩埚等一般实验室常用仪器设备。

## 7 试样与空白

### 7.1 试样溶液的制备

称取 0.25 g~0.50 g（感量 0.1 mg）试样置于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中，加 10 mL 硝酸-高氯酸混合酸（见 5.2.2），置于  $150\text{ }^\circ\text{C}\pm 200\text{ }^\circ\text{C}$  电热板上加热分解 15 min 至溶液微黄色，再加入 3 mL~5 mL 氢氟酸（见 5.1.2），加盖，保持 30 min~50 min 消解，随后去掉盖子，电热板升温至  $200\text{ }^\circ\text{C}\pm 30\text{ }^\circ\text{C}$  继续加热至白烟冒尽，试样近干且无黑色碳化物（但不要干涸），取下冷却，加硝酸溶液（见 5.2.3）1 mL，用水定容至 25 mL~50 mL，混匀，过滤，弃去最初 3 mL~5 mL 滤液后，滤液待测，同时做试样空白。对于有机质高的试样，应反复加入硝酸-高氯酸混合酸（见 5.2.2）消解直至黑色碳化物消失。

### 7.2 空白

除不加试样外，按试样溶液的制备（见 7.1）相同的消解条件和步骤进行处理，制备空白试样溶液。

### 7.3 平行试验

平行做两份试验。

## 8 测定步骤

### 8.1 仪器的准备



按照仪器使用说明书调节仪器的氩气流量、观测高度、射频发生器功率、冲洗时间和曝光时间等，选择最佳的操作条件。待测元素波长参见附录A中表A. 1，仪器条件设置参见附录A中表A. 2。

## 8.2 混合工作曲线的绘制

向基线平稳的等离子体光谱仪连续注入各浓度混合标准工作溶液，至少5个配制浓度点，浓度由低到高依次进样，以待测元素系列质量浓度为横坐标，以辐射强度响应值为纵坐标，绘制标准曲线。本文件中使用的标准溶液浓度参见附录A中表A. 3，标准曲线浓度范围应根据实际试样进行相应的调整。

## 8.3 试样和空白测定

### 8.3.1 试样测定

注入待测样液，各待测物的辐射强度响应值应在标准曲线线性范围内，超过线性范围则应用硝酸溶液（见5.2）稀释后再进行分析。依据辐射强度响应值，从标准曲线中得到待测样液中待测物的浓度（ $c$ ）。

### 8.3.2 空白测定

按照与测定试样（见8.3.1）的相同步骤测定空白试样。

## 9 结果计算与表示

按式（1）计算试样中检测目标物的含量（mg/kg）：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times f}{m} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$X$ ——试样中检测目标物的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$c$ ——由标准曲线计算得到的上机试样溶液中目标物浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$c_0$ ——由标准曲线计算得到的空白试样溶液中目标物浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$ ——消解后试样的定容体积，单位为毫升（mL）；

$f$ ——试样的稀释倍数；

$m$ ——试样的称取质量，单位为克（g）。

当计算结果大于10.0 mg/kg时，测定结果保留三位有效数字，当小于10.0 mg/kg时，测定结果保留小数点后两位。

## 10 精密度

试样中各元素含量大于1 mg/kg时，相对偏差不大于10%；小于或等于1 mg/kg且大于0.1 mg/kg时，相对偏差不大于15%；小于或等于0.1 mg/kg时，相对偏差不大于20%。

不同实验室间测定结果的允许相对偏差不大于20%。

## 11 其他

样品以0.25 g定容体积至25 mL计算，本文件各元素的方法检出限和定量限参见表2。

表2 土壤中5种元素的检出限和定量限

元素名称	铅 (Pb)	铬 (Cr)	铜 (Cu)	镍 (Ni)	锌 (Zn)
检出限 (mg/kg)	0.05	0.10	0.02	0.03	0.03
测定下限 (mg/kg)	0.15	0.30	0.06	0.10	0.10

## 12 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管，并送具有资质的单位统一处置。

地方标准信息服务平台

## 附录 A

(资料性)

## 5 种重金属元素检测的条件与要求

## A.1 5 种重金属元素的参考标准谱线

表A.1列出了5种重金属元素的参考标准谱线。

表A.1 5 种重金属元素的参考标准谱线

元素名称	铅 (Pb)	铬 (Cr)	铜 (Cu)	镍 (Ni)	锌 (Zn)
波长 (nm)	220.3	283.5	324.7	231.6	213.8

## A.2 电感耦合等离子发射光谱仪操作条件

电感耦合等离子发射光谱仪操作条件参见表A.2，具体参数应根据仪器应用条件进行调整。

表A.2 电感耦合等离子发射光谱仪操作参考条件

参数名称	参数
射频功率	1150 W
雾化器压力	25 psi <sup>a</sup>
载气流量	0.7 L/min
辅助气流量	1.0 L/min
冷却器流量	12.0 L/min
紫外区积分时间	10 s
可见区积分时间	5 s
试样冲洗时间	10 s

<sup>a</sup> psi 为非法定计量单位, 1 psi = 6.895 kPa

## A.3 5 种重金属元素的标准曲线配制浓度

5 种重金属元素的标准曲线配制浓度参见表 A.3，具体浓度应根据不同试样进行调整。

表A.3 5 种重金属元素的标准系列溶液

元素名称	标准曲线浓度 (mg/L)				
铅 (Pb)	0.1	0.2	0.5	0.8	1.0
铬 (Cr)	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0
铜 (Cu)	0.1	0.2	0.5	0.8	1.0
镍 (Ni)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
锌 (Zn)	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0