

**F-HZ-DZ-TR-0130**

土壤—铅的测定—石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中铅量的测定。

测定范围：质量分数为 50mg/kg~500mg/kg 铅。

2 原理

土壤经氢氟酸-高氯酸-硝酸消煮，用稀硝酸溶解铅后用石墨炉原子吸收光谱法测定铅，含量高时可用火焰原子吸收光谱法测定。

3 试剂

3.1 高氯酸( $\rho$  1.66g/mL)，优级纯。

3.2 氢氟酸( $\rho$  1.15g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸( $\rho$  1.42g/mL)，(1+1)，优级纯。

3.4 铅标准溶液

3.4.1 铅标准贮备溶液：1mg/mL，称取 0.5000g 高纯金属铅(99.999%)，置于 250mL 烧杯中，盖上表面皿，沿杯壁加入 20mL 硝酸(1+1)，低温加热溶解。冷却，用水洗去表面皿，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 铅。

3.4.2 铅标准溶液：50 $\mu$ g/mL，将铅标准贮备溶液，用水稀释 20 倍，配制成 1mL 含 50 $\mu$ g 铅标准溶液。

4 仪器

原子吸收光谱仪(附石墨炉)。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤进行多份空白试验。

6.2 试样的测定

称取 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。置于聚四氟乙烯坩埚内，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 8mL 氢氟酸、10mL 浓硝酸和 1mL 高氯酸，先低温(约 100℃左右)消煮约 1h，然后升高温度至坩埚内消煮液保持微小气泡逸出(用调压变压器控制)，待坩埚内容物成糊状并冒白烟，沿坩埚壁转动加入 2mL 浓硝酸，继续加热并蒸发至冒尽高氯酸白烟，取下坩埚稍冷，加 2mL 硝酸(1+1)，低温加热溶解残留物。将坩埚内容物用水洗入 25mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。干过滤或放置澄清。

注：高氯酸对铅的干扰随着酸浓度的增加而加大。因此，加入试样中的高氯酸量要一致，消化时应尽可能将高氯酸白烟驱尽，试样消煮时温度不能太高，温度超过 250℃时，高氯酸会大量冒烟，使试样中铅损失。

测定：用石墨炉原子吸收光谱仪测定铅。波长为 283.3nm。

6.3 工作曲线的绘制：用试样空白溶液稀释铅标准溶液(50 $\mu$ g/mL)，配制成 0、1.00、2.00、5.00、10.00 $\mu$ g/mL 铅标准系列溶液，以下按试样测定操作步骤进行测定。并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算铅的含量，以质量分数表示：

$$w_{Pb} = \frac{\rho \times V}{m \times k}$$

式中：

$w_{Pb}$ ——铅的质量分数，mg/kg；

$\rho$ ——测定液中铅的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$V$ ——测定液体积， $\text{mL}$ ；

$m$ ——试样质量， $\text{g}$ ；

$k$ ——水分系数。

## 8 允许偏差

表 1 平行双样允许最大相对偏差<sup>a</sup>

| 含量范围<br>$\text{mg/kg}$ | 允许最大相对偏差<br>% |
|------------------------|---------------|
| <0.1                   | 30            |
| 0.1~1                  | 25            |
| 1~10                   | 20            |
| 10~100                 | 10            |
| >100                   | 5             |

<sup>a</sup>引自《中国土壤元素背景值》。

## 9 参考文献

- [1] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京: 中国标准出版社, 1996, 76.