

**F-HZ-DZ-TR-0119****土壤—有效铜的测定—火焰原子吸收光谱法****1 范围**

本方法适用于土壤和森林土壤中有效铜量的测定。

测定范围：质量分数为 0.2mg/kg~20mg/kg 有效铜。

**2 原理**

土壤有效铜包括水溶性铜和交换性铜，其含量约高于 1mg/kg。

土壤中有效铜常用一定浓度的强酸或螯合剂浸提。酸性土壤或中性土壤常用 0.1mol/L 盐酸浸提，而石灰性土壤则常用 EDTA 或 DTPA 溶液浸提。浸出液中的铜用原子吸收光谱法测定。

在乙炔-空气火焰中，用原子吸收光谱法测定铜并无干扰，不受火焰和灯电流强弱的影响。铜的共振线很多，都可以用作分析线。可以按照铜的浓度范围选择适当的吸收线。溶液中铜的浓度较高时，可选择灵敏度较低的共振线而不必稀释待测液。一般情况用波长 324.7nm 测定铜，常用的铜的吸收线波长和灵敏度如下表：

表 1

铜线波长, nm	灵敏度(1%吸收), 含铜 $\mu\text{g/mL}$
324.7	0.1
327.4	0.3
222.6	2
249.2	10
444.2	55

**3 试剂**

3.1 盐酸, 0.1mol/L。

3.2 DTPA 浸提剂(0.005mol/L DTPA-0.01mol/L  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -0.1mol/L TEA)(pH7.30): 1.967g DTPA(二乙基胺五乙酸 $[(\text{HOCOCH}_2)_2\text{NCH}_2 \cdot \text{CH}_2]_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ )溶于 14.92g 或 13.3mL TEA[三乙醇胺,  $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3 \cdot \text{N}$ ]和少量水中; 再将 1.47g 氯化钙( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中, 一并转移入 1000mL 容量瓶中, 加水至约 950mL, 在 pH 计上用 6mol/L 盐酸调节 pH 至 7.30(每升浸提剂约需加 8.5mL 6mol/L 盐酸), 最后用水稀释至刻度, 摇匀。贮于塑料瓶中, 几个月内不会变质。

**3.3 铜标准溶液**

3.3.1 铜标准贮备溶液: 1.0mg/mL, 称取 0.5000g 高纯金属铜片(>99.99%)[预先用硝酸(1+9)洗净表面, 然后分别用水和无水乙醇洗涤, 风干后备用], 置于 250mL 烧杯中, 盖上表面皿, 沿杯壁加入 10mL 硝酸(1+1), 微热, 待全部溶解后, 加入 10mL 硫酸(1+1), 蒸至冒三氧化硫白烟, 取下冷却, 加水溶解铜盐, 用水洗去表面皿, 冷却后移入 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1mL 含 1.0mg 铜。

3.3.2 铜标准溶液: 1.00 $\mu\text{g/mL}$ , 吸取铜标准贮备溶液(1.0mg/mL), 用水逐级稀释配制成 1mL 含 1.00 $\mu\text{g}$  铜标准溶液。

**4 仪器**

原子吸收光谱仪。

往复振荡机(每分钟往复 180 次)。

**5 试样制备**

风干粉末土样，粒度应小于 2mm。称量测定时，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空白试验。

### 6.2 试样的测定

6.2.1 待测液的制备：酸性土壤或中性土壤称取 10.0g 风干试样，精确至 0.001g。石灰性土壤称取 25.0g 风干试样，精确至 0.01g。

酸性土壤或中性土壤用 0.1mol/L 盐酸浸提。将称取的风干土样放入 150mL~180mL 塑料瓶中，加 50.0mL 0.1mol/L 盐酸，用振荡机振荡 1.5h，干过滤得清液。

石灰性土壤用 DTPA 浸提剂浸提。将称取的风干土壤放入 150mL~180mL 塑料瓶中，加 50.0mL DTPA 浸提剂，在 25℃ 时用振荡机振荡 2h，干过滤得清液。

注：用 DTPA 溶液浸提石灰性土壤中有效铜时，浸提条件必须标准化：即土壤盛在 150mL~180mL 塑料瓶中，使用往复振荡机，每分钟往复振荡 180 次，浸提时室温应保持在 25℃，浸提剂的 pH 值应在 7.30，浸提时间为 2h，都要严格遵守。

6.2.2 测定：浸出液可直接用原子吸收光谱仪在波长 324.7nm 处测量铜的吸光度。

6.3 工作曲线的绘制：用 0.1mol/L 盐酸或 DTPA 溶液配制质量浓度为 0.1μg/mL~4.0μg/mL 铜标准系列溶液，在原子吸收光谱仪上按第 6.2.2 条试样测定步骤进行测定并绘制工作曲线。

## 7 结果计算

按下式计算有效铜的含量，以质量分数表示：

$$w_{\text{有效铜}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times k}$$

式中：

$w_{\text{有效铜}}$ ——有效铜的质量分数，mg/kg 或 μg/g；

$\rho$ ——从工作曲线查得测定液中有有效铜的质量浓度，μg/mL；

$\rho_0$ ——从工作曲线查得试样空白溶液中有有效铜的质量浓度，μg/mL；

$V$ ——测定液体积(即浸提剂体积)，mL；

$m$ ——试样质量，g；

$k$ ——水分系数。

## 8 允许偏差

按下表规定

表 2

测定值 mg/kg 或 μg/mL	绝对偏差 mg/kg 或 μg/mL	相对偏差 %
<10	<1.5	13~20
10~50	<5	11~13
50~100	<8	9~11
100~300	<15	5~9

## 9 参考文献

[1] GB7879-87. 森林土壤有效铜的测定[S]. 北京：中国标准出版社，1987.