

F-HZ-DZ-TR-0127

土壤—钴的测定—原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中钴量的测定。

测定范围：质量分数为 50mg/kg~500mg/kg 钴。

2 原理

土壤经氢氟酸-高氯酸-硝酸消煮，消煮液中的钴用原子吸收光谱仪根据钴的含量选用石墨炉法或火焰法测定。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)，优级纯。

3.2 高氯酸(ρ 1.66g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42g/mL)，(1+1)，优级纯。

3.4 钴标准溶液

3.4.1 钴标准贮备溶液：1mg/mL，称取 1.0000g 高纯金属钴(99.999%)溶于 50mL 硝酸(1+1)中，用水移入 1000mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 钴。配好的溶液转入聚四氟乙烯或聚丙烯瓶中贮存。

3.4.2 钴标准溶液：100 μ g/mL，将上述标准溶液稀释 10 倍，配制成 1mL 含 100.0 μ g 钴标准溶液。

4 仪器

配有石墨炉的原子吸收光谱仪。

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 30mL 聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润样品。加 10mL 氢氟酸、8mL 浓硝酸和 1mL 高氯酸，先低温(100 $^{\circ}$ C)加热近 1h，然后升高温度至冒大量高氯酸烟(调压变压器控制温度在 240 $^{\circ}$ C~250 $^{\circ}$ C)，待坩埚内容物蒸至糊状时，取下冷却，沿坩埚壁转动加入 2mL 浓硝酸，继续加热至冒尽白烟。加 2mL 硝酸(1+1)，稍加热溶解坩埚内残留物。将坩埚内容物用水洗入 25mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

待测液中的钴用火焰原子吸收光谱法或石墨炉原子吸收光谱法测定。钴的分析谱线波长为 240.7nm。

注：如用石墨炉原子吸收法测定钴，灰化温度达到 1100 $^{\circ}$ C 时，很多基体物质可以除去，使测定几乎无干扰，而钴无损失。

6.3 工作曲线的绘制：吸取钴标准溶液，加入与待测液相当的硝酸(1+1)使标准系列的酸度与待测液一致，配制成 0、1.00、3.00、5.00、10.00 μ g/mL 的标准系列溶液。按试样操作步骤进行测定，并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算钴的含量，以质量分数表示：

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

式中：

w_{Co} ——钴的质量分数，mg/kg；

ρ ——测定液中钴的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_0 ——试样空白溶液中钴的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——测定液体积，mL；

m ——试样质量，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^a

含量范围 mg/kg	允许最大相对偏差 %
<0.1	30
0.1~1	25
1~10	20
10~100	10
>100	5

^a 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，1996，72.