

F-HZ-DZ-TR-0113

土壤—全锌的测定—火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中全锌量的测定。

测定范围：质量分数为 5mg/kg~200mg/kg 锌。

2 原理

试样用氢氟酸-硫酸分解后，制成 0.6mol/L 盐酸溶液。于原子吸收光谱仪上，以塞曼效应校正法或连续光谱灯背景校正法校正背景，在空气-乙炔火焰中原子化，用直接法测量锌 213.9nm 的原子吸收。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)，优级纯。

3.2 硫酸(ρ 1.84g/mL)，优级纯。

3.3 盐酸(ρ 1.19g/mL)，优级纯，1+1。

3.4 饱和硼酸溶液。

3.5 锌标准溶液

3.5.1 锌标准贮备溶液：100.0 μ g/mL，称取 0.1000g 高纯锌[预先用盐酸(1+9)洗净表面，然后用水，再用无水乙醇洗涤，风干后备用]置于 250mL 烧杯中，加入 50mL 水，加 1mL 硫酸，盖上表面皿。加热溶解完全后，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g/锌。

3.5.2 锌标准溶液：10.0 μ g/mL，吸取 10.0mL 锌标准贮备溶液(100 μ g/mL)置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 10.0 μ g 锌。用时现配。

4 仪器

火焰原子吸收光谱仪。

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：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 滴去离子水湿润试样。加 8mL 氢氟酸和 2mL 硫酸，先低温（约 100 $^{\circ}$ C）消煮约 1h，接着加温(约 250 $^{\circ}$ C，用调压变压器调节)至消煮液成糊状。

往坩埚内加 5mL 饱和硼酸溶液，将坩埚内容物移入 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤或放置澄清。

6.2.2 测量吸光度：在原子吸收光谱仪上，调节波长为 213.9nm，按仪器最佳工作条件，测量澄清液中锌的吸光度。

注 1：为防止残留的痕量氟对玻璃器皿的侵蚀，使空白值增高，试样溶液应尽快测定。

注 2：如果含量超过工作曲线，可吸取部分清液稀释后测定，但随同试样的空白溶液也须用同样方法进行稀释。

6.3 工作曲线的绘制：分别吸取 0、2.50、5.00、10.00mL 锌标准溶液(10.0 μ g/mL)置于 50mL 容量瓶中，配制成 0、0.50、1.00、2.00 μ g/mL 锌的标准系列溶液，以下按第 6.2.1 条~6.2.2 条操作步骤进行。以锌的质量浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算全锌的含量，以质量分数表示：

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

式中：

w_{Zn} ——全锌的质量分数，mg/kg；

ρ ——测定液中锌的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

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

V ——测定液体积，mL；

t_s ——分取倍数；

m ——试样质量，g；

k ——水分系数。

注：直接测定不分取溶液，则不必乘 t_s 。

8 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，1996，63.
- [2] GB14506.20-93. 硅酸盐岩石化学分析方法[S]. 北京：中国标准出版社，1993，90.