

ICS 13.180
B 10
备案号: 28602-2010

DB32

江 苏 省 地 方 标 准

DB32/T 1614-2010

土壤中有有效态铅、镉、铜、锌含量的测定

TCLP 浸提-原子吸收光谱法

Determination of available plumbum, cadmium, copper, zinc in soil by
Toxicity Characteristic Leaching Procedure and atomic
absorption spectrophotometry

2010-08-05 发布

2010-11-05 实施

江苏省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定编写。

本标准由江苏省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：江苏省农产品质量检验检测中心、中国科学院南京土壤研究所、江苏省农林厅土壤技术中心。

本标准主要起草人：许学宏、章钢娅、高芹、林云青、宋歌、余云飞、邵劲松、田子华、孙波。

土壤中有效态铅、镉、铜、锌含量的测定

TCLP 浸提-原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定土壤中有效态铅、镉、铜、锌含量的浸提方法,并以原子吸收光谱法加以定量测定的试验方法。

本标准适用于不同 pH 土壤中有效态铅、镉、铜、锌含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 17138 土壤质量铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 17141 土壤质量铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

NY/T 890 土壤有效态锌、锰、铁、铜含量的测定 二乙三胺五乙酸(DTPA)浸提法

NY/T 1377 土壤中 pH 值的测定

3 原理

TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure) 方法根据土壤酸碱度和缓冲量的不同而制定两种不同 pH 的缓冲液作为提取剂,将浸取剂加入土壤中,模拟土壤中无机重金属元素浸出行为,并通过过滤方法分离出浸提液,用原子吸收分光光度计,以乙炔-空气火焰测定浸提液中铅、镉、铜、锌含量。通过测定浸出的特定金属元素含量反映其有效性。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂与水,除特别注明外,均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的二级水;本标准所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

4.2 冰醋酸(CH_3COOH): 优级纯。

4.3 盐酸(HCl): 优级纯。

4.4 硝酸(HNO_3): 优级纯。

4.5 1mol/L氢氧化钠(NaOH)溶液: 称取40.00g氢氧化钠(优级纯),溶于无二氧化碳的1000ml水中,用邻苯二甲酸氢钾基准试剂标定其浓度。

4.6 1mol/L硝酸(HNO_3)溶液: 取6.4ml硝酸加入50ml水中,稀释至100ml。

4.7 铅标准储备液和镉标准储备液: 按GB/T 17141中3.8、3.9配制,也可直接选用市售1mg/mL的铅、镉单元素标准溶液试剂。

4.8 铜标准储备液和锌标准储备液: 按NY/T 890中4.3、4.9配制,也可直接选用市售1mg/mL的铜、锌单元素标准溶液试剂。

4.9 浸提剂1号: 加 5.7ml 冰醋酸至 500ml 水中,加 64.3ml 1mol/L 氢氧化钠,稀释至1L。用 1mol/L HNO_3 或1mol/L NaOH 调节pH,配制后溶液的pH值应为 4.93 ± 0.05 。

4.10 浸提剂2号: 用水稀释 17.25ml 的冰醋酸至 1L。用 1mol/L HNO_3 或1mol/L NaOH 调节pH,配制后溶液的 pH 值应为 2.64 ± 0.05 。

5 仪器设备

- 5.1 浸提瓶：150 mL 具旋盖和内盖的密封性良好聚乙烯（PE）瓶或玻璃瓶。
- 5.2 恒温往复或旋转式振荡设备：速度满足 160 ± 20 次/min，温度 $22^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 。
- 5.3 酸度计：精度满足 $\pm 0.01\text{pH}$ 。
- 5.4 原子吸收分光光度计，带有火焰、石墨炉及铜、锌、铅、镉空心阴极灯。

6 试验的样品制备

6.1 去杂和风干

首先应仔细挑去土壤样品中石块、根茎及各种新生体、侵入体等，之后将样品平铺在干净的纸上，摊成薄层，于室内阴凉通风处风干，切忌阳光直接暴晒。风干过程中可以翻动样品，加速其干燥。风干场所应防止酸、碱等气体及灰尘的污染。当土壤达到半干状态时，须及时将大土块捏碎或用圆木棍碾碎，以免干后结成硬块，不易压碎。

如土样为风干样可直接用于分析。

6.2 磨细和过筛

将风干土经四分法分取适量样品。用研钵研磨至样品全部通过 2mm 孔径的尼龙筛，混匀后装入玻璃广口瓶、塑料瓶或袋中备用。

6.3 土样 pH 值的测定

按 NY/T 1377 规定。

7 分析步骤

7.1 土壤有效态铅、镉、铜、锌的浸提

称取 2 g（精确至 0.01 g）试样，置于 150 mL 浸提瓶（5.3）中，根据土壤酸碱度选定合适的浸提剂。当土壤 pH 小于 5 时，加入浸提剂 1 号（4.8）；当土壤 pH 大于 5 时，加入浸提剂 2 号（4.9）。提取剂的用量均按固液比 1:20，且整个过程中不需要调 pH 值。加入浸提剂后，盖紧瓶盖后固定在往复振荡机或旋转式振荡设备上，以 155-165 次/每分钟的速度，在 $(22 \pm 3)^\circ\text{C}$ 下振荡 20 h，在振荡过程中有气体产生时，应定时在通风橱中打开提取瓶，释放过度的压力。用双层定性滤纸或离心过滤并收集浸出液，浸出液直接测定或于 4°C 下保存备测。

按以上步骤，除不加试样外同时做空白试样。

7.2 测定方法

按 NY/T 890 中第 7.2 部分进行。

7.2.1 工作曲线的绘制

用 TCLP 溶液配制相应的铅、镉、铜、锌标准系列溶液，在原子吸收分光光度计上于同样条件下测定吸收值后绘制工作曲线。与标准工作曲线绘制的步骤同时进行试样与空白试样的检测。绘制工作曲线各元素标准溶液的系列浓度可参考表 1 配制。

7.2.2 提取液中铜、锌的含量测定

按 GB/T 17138 规定进行。

7.2.3 提取液中铅、镉的含量测定

按 GB/T 17141 规定进行。

表 1 采用原子吸收分光光度法的标准溶液系列

序号	Pb 相应浓度 mg/L	Cd 相应浓度 mg/L	Cu 相应浓度 mg/L	Zn 相应浓度 mg/L
1	0.00	0.00	0.00	0.00
2	0.01	0.0005	0.10	0.10
3	0.02	0.001	0.20	0.20
4	0.03	0.002	0.30	0.30
5	0.04	0.003	0.40	0.40
6	0.05	0.004	0.50	0.50
7	0.06	0.005	0.60	0.60

注：可根据试样溶液中待测元素含量高低适当调整系列标准溶液浓度；土壤有效态元素含量在 0.1 mg/kg 以上时宜用火焰法，在 0.1 mg/kg 以下时宜用石墨炉法。

7.3 结果计算

土壤有效态铅、镉、铜、锌含量ω，以各元素质量分数表示，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（1）计算：

$$\omega \text{ (以铅(镉、铜、锌)计, mg/kg)} = \frac{(c - c_0) \cdot V \cdot D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:c — 由工作曲线查得试样中铜（锌、铅、镉）的浓度（mg/L）；
c₀ — 空白试液中铜（锌、铅、镉）的浓度（mg/L）；
V — 加入的浸提剂体积的数值（mL）；
D — 试样溶液的稀释倍数；
m — 试料的质量数值（g）。
取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。
有效态铅、镉、铜、锌含量计算结果表示到三位有效数字。

7.4 平行结果的允许差

有效态铅、有效态镉、有效态锌、有效态铜测定结果的允许差应符合表2的要求：

表2 有效态铅、有效态镉、有效态锌、有效态铜测定结果的允许差

测定值	平行测定允许差值
<1.50 mg/kg	绝对差值≤0.15 mg/kg
≥1.50 mg/kg	相对差值≤10%