

F-HZ-DZ-TR-0133

土壤—镍的测定—原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中镍量的测定。

测定范围：质量分数为 50mg/kg~500mg/kg 镍。

2 原理

土壤经氢氟酸-高氯酸-硝酸消煮，溶于少量稀硝酸，用火焰原子吸收光谱法测定。

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 镍标准溶液

3.4.1 镍标准贮备溶液：1mg/mL，称取 1.0000g 高纯金属镍(99.999%)，置于 250mL 烧杯中，盖上表面皿，沿杯壁加入 20mL 硝酸(1+1)，加热溶解，用水移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 镍。

3.4.1 镍标准溶液：25.0 μ g/mL，吸取 25.0mL 镍标准贮备溶液(1mg/mL)置于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 25.0 μ g 镍。

4 仪器

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。置于聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 10mL 氢氟酸、8mL 浓硝酸、1mL 高氯酸，先低温(约 100 $^{\circ}$ C)加热消煮近 1h，然后升温至坩埚内消煮液大量冒白烟(调压变压器控制温度 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，继续加热蒸发至冒尽白烟，加 2mL 硝酸(1+1)，稍加热溶解坩埚内残留物。用水移入 25mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

测定：调节仪器各项参数至最佳工作状态。测镍应选择较窄的谱带宽度，一般为 0.2nm。吸收线波长为 232.0nm。用火焰原子吸收光谱法测定。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、1.00、3.00、5.00、10.00mL 镍标准溶液(25.0 μ g/mL)置于 25mL 容量瓶中，加 2mL 硝酸(1+1)，用水稀释至刻度，摇匀。配制成 0、1.00、3.00、5.00、10.00 μ g/mL 镍标准系列溶液。按试样分析操作步骤用火焰原子吸收光谱仪进行测定。并绘制工作曲线。

注：当用 232.0nm 谱线，在空气-乙炔火焰中测定镍时，可得到镍[ρ (Ni)=0.04mg/L]1%的最好特征浓度，检测限质量浓度 ρ (Ni)为 0.004mg/L。

7 结果计算

按下式计算镍的含量，以质量分数表示：

$$w_{Ni} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times k} \dots\dots(1)$$

式中：

w_{Ni} ——镍的质量分数，mg/kg；

ρ ——测定液中镍的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

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

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，1996，80.