

土壤有效态铜和锰分析标准物质定值^{*}

王 路 潘绍英 许 勃 刘 丽

(黑龙江省农业监测中心)

标准物质是分析测试工作中进行质量管理所不可缺少的。土壤有效态成分分析标准物质(ASA1-6)已经国家技术监督局批准为国家一级标准物质,发布了18个成分的定值。本文提供土壤有效态锰、酸性土壤的有效态铜两种尚未公布成分标准物质定值(信息值)及方法和数据,以适应土壤测试的需要。

1 方法

样品经 DTPA-TEA-CaCl₂ 提取后,用原子吸收光谱法的火焰分析技术测定土壤有效态铜、锰分析标准物质定值。

2 样品概况和主要仪器设备

样品概况见表1。原子吸收分光光度计为日本岛津 AA-680型,酸度计,往复式振荡机。

表 1 样品概况

样品编号	采样地点	土壤类型	pH	原样简述
ASA-1	辽宁开源	棕壤	5.98	棕色粉砂质壤土,母岩为花岗岩
ASA-2	河南安阳	潮壤	8.24	石灰性浅褐色粉砂质壤土,母质为洪冲积物
ASA-3	四川简阳	紫色土	8.14	紫褐色粘性土壤,母岩为砂质岩
ASA-4	湖北黄梅	水稻土	5.55	灰色粉砂质粘性壤土,母质为第二系沉积物
ASA-5	江西鹰潭	红壤	5.44	红色粉砂质粘性壤土,母质为第三系沉积物
ASA-6	广东花县	赤红壤	5.44	褐红色含砂粘性壤土,母质为花岗岩

3 试剂

3.1 DTPA浸提剂 其成分为 $0.005\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ DTPA- $0.01\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ CaCl₂- $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ TEA pH7.30

称取 1.967g 二乙三胺五乙酸(DTPA),溶于 13.32mL 乙醇胺(TEA)和少量水中,将 1.11g 氯化钙(无水)溶于水后,一并转入 1L 容量瓶,加水至约 950ml;在酸度计上用 $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸溶液调节 pH 至 7.30,以水定容,贮于塑瓶中。

3.2 铜、锰标准贮备液 铜 - $500\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, 锰 $1000\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

4 分析步骤

4.1 样品处理 称取通过 2mm 孔径尼龙筛的风干试样 10g(精确到 0.01g)于塑料瓶中,加入 DTPA 浸提剂 20ml,盖好瓶盖,在 $25\pm 2^\circ\text{C}$ 的条件下,以 180r/min 的速度振荡 2h,过滤。滤液直接用原子吸收分光光度计测定,同时做空白试验。

4.2 标准曲线的绘制 取铜、锰标准贮备液配成铜、锰混合标准工作液。含铜 $50.00\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

* 收稿日期 1997-12-17

kg^{-1} ,含锰 $50.00\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。以 DTPA 稀释配制成含铜、锰均为 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 的标准系列

5 测定及结果

5.1 最佳工作条件 参考有关资料及经实验得到最佳工作条件如表 2 所示。

5.2 标准曲线的线性范围 由标准系列测得吸收值 (Y) 对铜、锰浓度 (X) 进行回归计算,标准曲线线性范围见表 3

表 2 仪器最佳工作条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	乙炔流量 (l/min)	空气流量 (l/min)
铜	324.8	0.5	3	1.8	8
锰	279.5	0.4	5	1.9	8

表 3 标准曲线线性范围

元素	回归方程	相关系数	浓度线性范围
铜	$Y = 0.0149x - 0.0783$	$r = 0.9990$	1-5 mg/kg
锰	$Y = 0.0108x - 0.1008$	$r = 0.9992$	1-5 mg/kg

5.3 测定结果及方法的精密度 ASA-1~6 每个样品测定次数为 4 次,测定结果是 4 次测定的平均值 测定结果的精密度及置信区间见表 4

表 4 样品测定结果

(测定结果以烘干基为基础换算)

样品	测定结果 (\bar{X}) ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	RSD(相对平均偏差) (%)	C.V% (变异系数)	$\bar{X} \pm t(s/\bar{n})$ (%)	
铜	ASA-1	2.110	2.250	0.450	0.450 ± 0.02
	ASA-2	1.290	2.890	0.400	0.400 ± 0.01
	ASA-3	0.960	1.300	0.180	0.960 ± 0.01
	ASA-4	7.570	1.980	0.290	7.570 ± 0.03
	ASA-5	1.240	1.610	1.920	1.240 ± 0.03
	ASA-6	0.274	1.000	1.130	0.274 ± 0.01
锰	ASA-1	53.200	1.130	0.160	53.200 ± 0.12
	ASA-2	18.290	1.090	0.140	18.290 ± 0.04
	ASA-3	16.220	1.250	0.240	16.22 ± 0.33
	ASA-4	38.740	3.290	0.400	38.740 ± 0.24
	ASA-5	10.830	3.460	0.440	10.830 ± 0.07
	ASA-6	7.530	3.900	0.620	7.530 ± 0.06

5.4 控制测定结果准确度的因素 DTPA 的提取是一个非平衡体系提取,因而提取条件必须标准化 包括土样的粉碎程度,振荡时间,振荡强度,提取液的酸度,提取温度等, DTPA 提取液的 pH 值应控制在 7.30,为了准确控制提取液的酸度,在调节溶液 pH 值时使用酸度计校准。

浸提时的温度应保持在 $25 \pm 2^\circ\text{C}$,控制各元素的测定结果从而提高测定方法的准确性。

6 结论

本文采用原子吸收法对土壤有效态成分铜、锰分析标准物质定值(信息值),表明本法快速、简便、准确较为实用。所提供的数据已被全国农业技术推广中心认可,以适应全国不同方法土壤测试的需要,加强分析测试工作中的质量管理

参 考 文 献

- 1 李盛亮主编.原子吸收光谱法,上海科技出版社,1989
 - 2 中国土壤学会 农业化学专业委员会编.土壤农业化学常规分析方法.科学出版社,1989
 - 3 吉林省农业环境保护监测站编.农业环境保护技术手册.吉林科技出版社,1990
- ?1994-2016 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.>