

F-HZ-DZ-TR-0125

土壤—硒的测定—氢化物发生原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中硒量的测定。

测定范围：质量分数为 1mg/kg~8mg/kg 硒。

2 原理

土壤经硝酸-高氯酸消煮，消煮液转入氢化物发生器中，以硼氢化钠作为还原剂，使硒转化成硒化氢(H_2Se)而由载气导入原子化器中，测定硒的含量。

3 试剂

3.1 高氯酸($\rho 1.66g/mL$)，优级纯。

3.2 硝酸($\rho 1.42g/mL$)，优级纯。

3.3 盐酸($\rho 1.19g/mL$)，优级纯。

3.4 过氧化氢，市售 30%试剂。

3.5 硼氢化钠溶液：称取 2g 硼氢化钠($NaBH_4$)和 1g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 100mL(现用现配)。

3.6 硒标准溶液

3.6.1 硒标准贮备溶液：100.0 $\mu g/mL$ ，称取 0.1405g 二氧化硒(SeO_2)(99.999%)溶于水中，移入 1000mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 $\mu g/mL$ 硒。

3.6.2 硒标准溶液：500ng/mL，吸取硒标准贮备溶液，用水逐级稀释 200 倍，配制成 1mL 含 500ng/mL 硒。

4 仪器

原子吸收光谱仪(附氢化物发生器)。

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。放入聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 10mL 浓硝酸和 5mL 高氯酸，盖上坩埚盖，放置过夜冷消化，然后将坩埚放在电炉上加热，当坩埚内有环状白烟逸出时，取下稍冷，加 1mL 过氧化氢继续消煮，当土壤颜色变浅，坩埚内又出现环状白烟时，再取下稍冷，加 1mL 浓盐酸继续加热消煮，温度不能超过 200 $^{\circ}C$ (调压变压器控制)，当土壤残渣变成乳白色或暗灰色，此时土壤中硒全部进入溶液中。将坩埚稍冷，用水把坩埚内容物洗入 50mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

按仪器最佳工作条件，调节好测硒的各项参数，将清液由载气导入氢化物发生器内，启动氢化物发生器的自动时控按钮，定量输入还原剂硼氢化钠溶液，用原子吸收光谱仪测定。硒的分析谱线波长为 196.6nm。

6.3 工作曲线的绘制：吸取 0、1.00、2.00、4.00、8.00mL 硒标准溶液(500ng/mL)于 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。配制成 0、10.0、20.0、40.0、80.0 $\mu g/mL$ 硒标准系列溶液。以下按试样操作步骤进行测定，并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算硒的含量，以质量分数表示：

$$w_{\text{Se}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times k} \times 10^{-3}$$

式中：

w_{Se} ——硒的质量分数，mg/kg；

ρ ——测定液中硒的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

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

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，1996，70.