

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( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ): 优级纯。

4.3 盐酸( $\text{HCl}$ ): 优级纯。

4.4 硝酸( $\text{HNO}_3$ ): 优级纯。

4.5 1mol/L氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )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( $\text{HNO}_3$ )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  $\text{HNO}_3$  或1mol/L  $\text{NaOH}$  调节pH,配制后溶液的pH值应为  $4.93 \pm 0.05$ 。

4.10 浸提剂2号: 用水稀释 17.25ml 的冰醋酸至 1L。用 1mol/L  $\text{HNO}_3$  或1mol/L  $\text{NaOH}$  调节pH,配制后溶液的 pH 值应为  $2.64 \pm 0.05$ 。

## 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 $160\pm 20$ 次/min，温度 $22\pm 3$ ℃。
- 5.3 酸度计：精度满足 $\pm 0.01$ 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或旋转式振荡设备上，以 155-165 次/每分钟的速度，在  $(22\pm 3)$ ℃ 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，释放过大的压力。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℃ 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 $\omega$ ，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）；

$c_0$  — 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 $\leq$ 0.15 mg/kg
$\geq$ 1.50 mg/kg	相对差值 $\leq$ 10%