

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3420—2019

土壤有效硒的测定 氢化物发生原子荧光光谱法

Determination of available selenium in soil—
Hydride generation atomic fluorescence spectrometry

2019-01-17 发布

2019-09-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009、GB/T 20001.4—2015 给出的规则起草。

本标准由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：恩施土家族苗族自治州农业科学院。

本标准主要起草人：陈永波、李卫东、黄光昱、胡百顺、陈娥、刘淑琴、秦邦、张朝阳、熊倩、朱云芬、瞿勇、明佳佳。

土壤有效硒的测定 氢化物发生原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了氢化物发生原子荧光光谱仪测定土壤有效硒的方法。
本标准适用于土壤有效硒含量的测定。

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

NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分:土壤样品的采集、处理和储存

NY/T 1377 土壤 pH 的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

土壤有效硒 available selenium in soil

土壤中可被作物直接吸收利用的硒,包括水溶态和可交换态硒酸根离子、亚硒酸根离子及有机硒小分子物质。

4 原理

土壤有效硒用磷酸二氢钾溶液浸提后,经硝酸和双氧水消解,被 6 mol/L 盐酸还原成亚硒酸根离子(SeO_3^{2-}),再用硼氢化钾将 SeO_3^{2-} 还原成硒化氢(H_2Se),由载气(氙气)带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯的照射下,基态硒原子被激发至高能态回到基态时发射出特征波长的荧光,其荧光强度与被测溶液中硒浓度成正比,外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 硝酸(HNO_3):优级纯。

5.2 盐酸(HCl):优级纯。

5.3 双氧水(H_2O_2)。

5.4 氢氧化钾(KOH):优级纯。

5.5 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。

5.6 硼氢化钾(KBH_4)。

5.7 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 。

5.8 硼氢化钾溶液(10 g/L):称取 2.0 g 氢氧化钾(5.4),溶于约 900 mL 水中,再加入 10.0 g 硼氢化钾(5.6),溶解后用水定容至 1 000 mL,现配现用,配制顺序不可颠倒。

5.9 铁氰化钾溶液(100 g/L):称取 10.0 g 铁氰化钾(5.7),溶于约 90 mL 水中,用水定容至 100 mL。

5.10 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸(5.2)缓慢加入约 40 mL 水中,冷却后用水定容至 100 mL。

- 5.11 盐酸溶液(5%):量取 50 mL 盐酸(5.2),缓慢加入 950 mL 水中,混匀。
- 5.12 氢氧化钾溶液(5 mol/L):称取 28.0 g 氢氧化钾(5.4),溶于约 90 mL 水中,冷却后用水定容至 100 mL。
- 5.13 磷酸二氢钾溶液(0.10 mol/L):准确称取 13.6 g 磷酸二氢钾(5.5),溶于约 950 mL 水中,根据土壤的酸碱度(按照 NY/T 1377 的方法测定),用氢氧化钾溶液(5.12)或盐酸溶液(5.10)调节至附录 A 中相应的 pH,用水定容至 1 000 mL。
- 5.14 硒标准溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的硒标准溶液。
- 5.15 硒标准储备液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确吸取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硒标准溶液(5.14)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(5.11)定容。
- 5.16 硒标准工作液(100 ng/mL):准确吸取 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硒标准储备液(5.15)1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(5.11)定容。

6 仪器设备

注:所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需硝酸溶液(1+4,体积比)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

- 6.1 氢化物发生原子荧光光谱仪:配硒空心阴极灯。
- 6.2 微波消解仪:配聚四氟乙烯消解内罐。
- 6.3 恒温混匀仪:1 500 r/min。
- 6.4 天平:感量为 0.01 g、0.001 g。
- 6.5 离心机:3 000 r/min。

7 试验步骤

7.1 试样制备

土壤样品的采集、处理和储存按照 NY/T 1121.1 中相关部分,在采样和制备中避免交叉污染,土壤样品磨细后过 60 目筛,储存在玻璃瓶中,作为待测试样。

7.2 试样处理

称取待测试样 1 g(精确至 0.001 g)于 15 mL 离心管中,加入 0.10 mol/L 磷酸二氢钾溶液(5.13)10 mL,于恒温混匀仪 30℃、1 500 r/min 条件下振荡 80 min,离心机 3 000 r/min 离心 15 min,取上清液 5 mL 于消解罐中,加入硝酸(5.1)7 mL、双氧水(5.3)1 mL,参见附录 B 中条件进行消解。试样消解完毕后,取下消解罐,在电热板上 160℃加热至近干,冷却后加入盐酸溶液(5.10)5 mL,继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现,冷却,转移至 10 mL 容量瓶中,加入铁氰化钾溶液(5.9)1 mL,用盐酸溶液(5.11)定容。同时做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 仪器参考条件

参见附录 C。

7.3.2 标准曲线的制作

准确吸取 100 ng/mL 硒标准工作液(5.16)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 3.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,加入铁氰化钾溶液(5.9)1.0 mL,用盐酸溶液(5.11)定容至刻度,混匀,配置成 0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL 和 30.0 ng/mL 的标准系列溶液,待仪器读数稳定后,将硒标准溶液按质量浓度由低到高的顺序分别导入仪器,测定其荧光强度,以质量浓度为横坐标、荧光强度为纵坐标,制作标准曲线,外标法定量。

7.3.3 试样测定

在与标准系列溶液相同的实验条件下,将空白溶液和试样溶液分别导入仪器,测定其荧光强度值,外标法定量。如果试样溶液浓度超出标准曲线范围,应适当稀释后重测。

8 分析结果的表述

土壤中有效硒含量按式(1)计算。

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times V_2}{1000 \times m \times V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中硒的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C ——试样质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

C_0 ——样品空白质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

V ——浸提液体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——用于消化的浸提液上清液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——消化液定容体积,单位为毫升(mL)。

结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示,保留3位有效数字。

9 精密度

质量浓度低于0.1 mg/kg时,在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

质量浓度高于0.1 mg/kg时,在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

10 其他

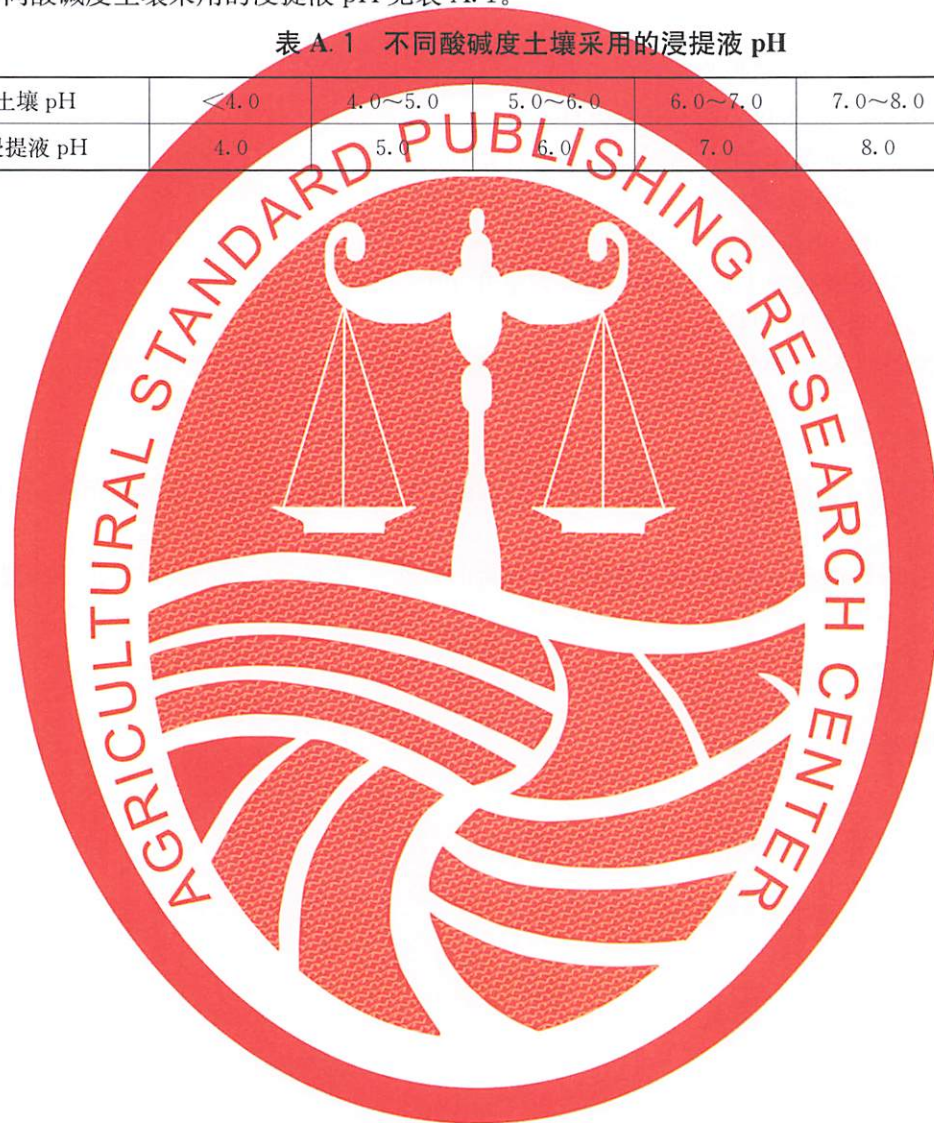
该方法定量限为0.006 mg/kg。

附 录 A
(规范性附录)
不同酸碱度土壤采用的浸提液 pH

不同酸碱度土壤采用的浸提液 pH 见表 A.1。

表 A.1 不同酸碱度土壤采用的浸提液 pH

土壤 pH	<4.0	4.0~5.0	5.0~6.0	6.0~7.0	7.0~8.0	>8.0
浸提液 pH	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0



附录 B
(资料性附录)
微波消解参考条件

微波消解参考条件见表 B.1。

表 B.1 微波消解参考条件

步骤	温度,℃	保持时间,min
1	130	10
2	150	10
3	180	10
4	210	10

附 录 C
(资料性附录)
原子荧光光谱仪参考工作条件

原子荧光光谱仪参考工作条件见表 C.1。

表 C.1 原子荧光光谱仪参考工作条件

工作参数	最佳条件设定值
负高压, V	285
灯电流(总电流/辅电流), mA	80/40
炉高, mm	8
载气流速, mL/min	400
屏蔽气流速, mL/min	800
读数方式	峰面积
延迟时间, s	1
读数时间, s	10~15

中华人民共和国
农业行业标准
土壤有效硒的测定
氢化物发生原子荧光光谱法

NY/T 3420—2019

* * *

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街18号楼)

(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

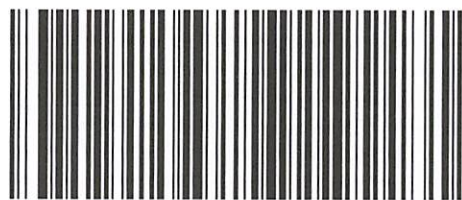
2019年5月第1版 2019年5月北京第1次印刷

书号: 16109·4776

定价: 18.00 元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 59194261



NY/T 3420—2019