

现代 实用仪器分析方法

中国林业科学研究院分析中心 编



中国林业出版社

现代实用仪器分析方法

中国林业科学研究院分析中心 编

中国林业出版社

前 言

1979年春中国林业科学研究院分析中心成立伊始，我们这些化学工作者就从事使用现代仪器分析手段为农林科研和生产服务。本书正是作者十几年来从事仪器分析工作心得的结晶。编著本书时，作者心目中的读者是在第一线从事现代仪器分析测试的工作人员，同时兼顾到其他分析工作者的实际需要。

本书突出特点是仪器分析方法的实用性，全书近500个分析实例，都采用菜单式写法，以便使读者针对自己的分析实际照方抓药。本书的分析方法中，每一个实例都是一个完整的分析方法，它包括样品处理、所需仪器和药品、操作步骤和结果的计算等5个部分，文字力求简明扼要。实例中既有国家标准方法、企业标准方法，也有一些方法是首次与读者谋面。

本书在章节的安排上主要考虑仪器分析的特点，按仪器种类划分章节。读者可根据各自拥有的仪器，查阅可资参考的材料，十分方便。至于各种仪器的一般原理和使用方法，各个仪器所附带的说明书自有详尽的叙述，这里不再赘述。本书共分六章：原子吸收分光光度法、高压液相色谱法、氨基酸分析法、气相色谱分析法、紫外-可见分光光度法和其他常规仪器分析法。这些仪器实际上都是现代分析实验室不可缺少的重要手段；而这些分析方法已广泛应用于农业、林业、食品、环保、医药、化工、冶金、水处理等部门的生产 and 科研之中。

本书虽然集中国林科院分析中心十几年来仪器分析实际工作的精华而成，但囿于作者水平和经验条件所限，漏误之处在所难免，尚望读者赐教，以便遇有再版机会时修正和补充。

本书苟能付印，绝非作者所力逮。在整个编写过程中作者得到多方的支持和帮助，在此表示衷心感谢。首先是中国林科院分析中心的领导和同志们的支持和鼓励。可以说，没有他们的支持和多年的勤奋工作，绝不会有本书的问世。特别是李如华、韩振泰、赵玉娟等同志，参加了大量的实验工作和材料准备工作。在编著和实验过程中得到北京大学张菁莲教授、倪葆龄教授，北京林业大学魏刚教授，中国农科院南春波副研究员和中国科学院韩兆桂先生的指导和有益的启示。中国林业出版社的有关同志在本书的出版工作中也付出了辛勤的劳动。感谢沃斯特公司、北京第二光学仪器厂和P-E公司的支持和热情资助。

全书共六章，其中第一、四章由于建国执笔，第二章王文芝执笔，第三章刘惠文执笔，第五、六章叶水英执笔。最后由于建国审定。

作者

于1993年12月 林科院

主 编 于建国
副主编 王文芝
编 委 (按章节顺序) 于建国
王文芝 刘惠文 叶水英

目 录

第一章	原子吸收分光光度法	1
1-1	土壤矿质元素全量分析	1
1-2	土壤中微量元素的测定	3
1-3	土壤交换量的测定	5
1-4	土壤交换性铜、锌、铁、锰的测定	7
1-5	土壤有效铝的测定	8
1-6	石灰性土壤中有效铁的测定	9
1-7	土壤中可溶性硫酸盐的测定	10
1-8	土壤中汞的测定	12
1-9	植物组织中汞的测定	13
1-10	植物组织中钾、钠、钙、镁的测定	14
1-11	植物组织中铜、锌、铁、锰的测定	16
1-12	植物组织中铝的测定	17
1-13	植物组织中微量元素的测定	18
1-14	泡桐树叶中硼的测定	21
1-15	小麦叶片中钾含量的快速测定	22
1-16	枸杞子中微量锂的测定	23
1-17	铅铝合金中锶的测定	24
1-18	钢中钙的测定	25
1-19	钢铁中钴的测定	26
1-20	镍合金中铋的测定	27
1-21	铝合金中微量铟的测定	28
1-22	硅青铜中杂质镍的测定	29
1-23	钢铁中微量铝的测定	30
1-24	镀锡薄钢板钝化膜中铬的测定	31
1-25	高硅铝合金中低量钠的测定	32
1-26	精铝矿中微量锡的测定	33
1-27	金矿中金的测定(火焰法)	34
1-28	矿石中银的测定	35
1-29	钒钛高炉炉渣中钒的测定	36
1-30	焊剂中钾和钠的测定	37
1-31	硅酸盐玻璃中某些重金属的测定	38
1-32	矿石中微量金的测定(无火焰法)	40
1-33	岩石中硒的测定	41
1-34	润滑油中磨损金属的测定	42
1-35	航空润滑油中磨损金属铜、铁、镍的测定	43

1-36	汽油中铅含量的测定	44
1-37	原油中钒、钙、铜、镁的测定	45
1-38	粮食中硒的测定	46
1-39	松花皮蛋中铅的测定	47
1-40	蜂蜜中铜、锌、铁、锰的测定	48
1-41	鸡蛋中痕量重金属铜、铅、镉的测定	49
1-42	罐头桶装果汁饮料中锡和锑的测定	50
1-43	啤酒中铜、锌、铁、锰的测定	51
1-44	白酒中微量元素的测定	52
1-45	毛发中微量元素锌和铜的测定	53
1-46	血清中铜的直接测定法	53
1-47	血清中铅的测定	54
1-48	尿锌的测定	55
1-49	尿中铜和铁的测定	56
1-50	尿中锂的测定	56
1-51	尿铅的测定	57
1-52	人体血清中钙的测定	58
1-53	血清中汞的测定	59
1-54	乳牛全血中铜、铅、镉、铁、锌、钙的测定	60
1-55	化妆品中铅的测定	61
1-56	维生素B ₁₂ 的测定	62
1-57	胰岛素的分析	63
1-58	雨雪中微量银的测定	64
1-59	水生生物样品中铬和镉的测定	65
1-60	水系沉积物中银和镉的测定	66
1-61	水样中汞的测定	67
1-62	废水中银的测定	69
1-63	工业废水中铍的测定	70
1-64	废水中铜和锌的测定	71
1-65	废水中铅和镉的测定	72
1-66	水样中痕量铜、铅、镉的测定	73
1-67	水样中铁、锰的测定	74
1-68	矿泉水中钾、钠、钙、镁的测定	75
1-69	矿泉水中铜、锌、铁、锰的测定	76
1-70	矿泉水中铅、镉、银的测定	78
1-71	矿泉水中锂和锶的测定	79
1-72	矿泉水中钼的测定	80
1-73	矿泉水中汞的测定	81
第二章 高效液相色谱法		83
2-1	食品中游离糖含量测定	83
2-2	食品中Vc含量测定	85
2-3	食品中水溶性维生素含量测定	87
2-4	食品中脂溶性维生素含量测定	88

2-5	食品中有机酸含量测定	90
2-6	维生素E四种异构体含量测定	91
2-7	粉末磷脂中卵磷脂含量测定	92
2-8	玉米粉中色氨酸含量测定	93
2-9	蜂王浆中10-羟基癸烯酸含量测定	95
2-10	食品中天然脂溶性色素含量测定	96
2-11	甜菊茶中甜菊糖甙含量测定	98
2-12	肉鸡肝脏中尼酰胺含量测定	99
2-13	猪心组织中辅酶Q ₁₀ 含量测定	100
2-14	食品中色素添加剂含量测定	101
2-15	食品中添加剂糖精钠、苯甲酸及咖啡因含量测定	103
2-16	油脂中抗氧化剂含量测定	104
2-17	牛奶中黄曲霉素M ₁ 含量测定	106
2-18	鸡肉中二硝基苯脲、二甲基嘧啶醇含量测定	107
2-19	扑热息痛药片中对乙酰氨基酚含量测定	108
2-20	咖啡因和苯甲酸钠注射剂含量测定	110
2-21	四环素药片中四环素含量测定	111
2-22	磺胺软膏中有效成分含量测定	112
2-23	青霉素G钾注射用药含量测定	113
2-24	双氯灭痛针剂中双氯灭痛含量测定	115
2-25	头孢氨苄片中头孢氨苄含量测定	116
2-26	盐酸丁卡因注射液中盐酸丁卡因含量测定	117
2-27	茶苯海明片中苯海拉明和8-氯茶碱含量测定	119
2-28	酚磺乙胺注射液中酚磺乙胺含量测定	120
2-29	止咳药水中有效成分含量测定	121
2-30	叶酸药片中叶酸含量测定	122
2-31	氢化可的松药片中氢化可的松含量测定	124
2-32	维生素B ₁₂ 注射液中B ₁₂ 含量测定	125
2-33	维生素K ₁ 注射液中K ₁ 含量测定	126
2-34	血清中核苷和碱基含量测定	127
2-35	人血清中总胆固醇含量测定	129
2-36	血浆中阿斯匹林和水杨酸含量测定	130
2-37	血清中尿酸、次黄嘌呤和黄嘌呤含量测定	132
2-38	尿液中儿茶酚胺含量测定	133
2-39	尿液中可的松含量测定	134
2-40	茶叶中茶碱和咖啡因含量测定	135
2-41	杨树叶子中游离酚含量测定	137
2-42	杨树皮中游离酚酸含量测定	138
2-43	杨树皮中水杨甙和白杨甙含量测定	139
2-44	紫花洋地黄叶子中洋地黄强心甙含量测定	141
2-45	麻黄草中麻黄碱含量测定	142
2-46	罂粟果中主要生物碱含量测定	143
2-47	苦木茎心材中苦木生物碱含量测定	144

2-48	罂粟花粉中生物碱含量测定	146
2-49	粉防己中双苄基异喹啉生物碱含量测定	147
2-50	大叶钩藤叶子中吲哚生物碱含量测定	148
2-51	喜树根中喜树碱含量测定	150
2-52	橙皮中橙皮甙含量测定	151
2-53	胡桃叶子中胡桃醌含量测定	152
2-54	川芎中阿魏酸含量测定	153
2-55	大黄中游离蒽醌含量测定	155
2-56	山楂果实中黄酮含量测定	156
2-57	银合欢叶子中Mimosine 和DHP含量测定	157
2-58	丹皮中丹皮酚含量测定	159
2-59	西藏红豆杉中紫杉醇含量测定	160
2-60	苜蓿根茎中植物生长素含量测定	161
2-61	鹅冠草种子萌发期植物细胞分裂素含量测定	163
2-62	鹿鞭中动物性激素含量测定	164
2-63	淘米水中植酸含量测定	165
2-64	酒糟中麦角固醇含量测定	166
2-65	染料中间体2,3-二羟基萘-6-磺酸纯度测定	168
2-66	邻硝基对甲苯胺合成反应过程监测	169
2-67	联苯胺磺G产品纯度测定	170
2-68	美术红颜料产品含量测定	172
2-69	甘油硝酸酯类炸药成分分析	173
2-70	间硝基苯基三硝基甲烷反应监测	174
2-71	3,5-二硝基-4-羟基苯甲醛产品纯度测定	176
2-72	六硝基芪纯度测定	177
2-73	间-双(三硝基甲基)苯炸药合成反应监测	178
2-74	TNT炸药及其异构体含量测定	180
2-75	α -糊精及 β -糊精含量测定	181
2-76	山梨醇工业品中山梨醇含量测定	182
2-77	工业级单宁中单宁酸含量测定	184
2-78	邻苯二甲酸酯增塑剂成分分析	185
2-79	2,3-二氯硝基苯合成反应监测	186
2-80	对甲基苯甲醛产品纯度测定	187
2-81	对二氯苯产品纯度测定	189
2-82	2,6-二氯-4-硝基苯胺含量测定	190
2-83	氨基稀料中环己酮、苯、甲苯和二甲苯含量测定	191
2-84	三嗪类防腐剂中苯乙醇含量测定	192
2-85	D-(-)-对羟基苯基甘氨酸纯度测定	193
2-86	季戊四醇含量测定	195
2-87	四氯联苯胺合成反应过程监测	196
2-88	植物生长调节剂中萘乙酸含量测定	197
2-89	植物生长素中吲哚乙酸及其同系物含量测定	199
2-90	Atonik型植物生长调节剂有效成分测定	200

2-91	TMO防霉剂中多菌灵盐酸盐含量测定	201
2-92	避蚊油中邻苯二甲酸二甲酯含量测定	202
2-93	50%对硫磷乳化油中对硫磷含量测定	204
2-94	柑桔皮中多菌灵、涕必灵残留量测定	205
2-95	草莓果实中氨基甲酸酯残留量测定	206
2-96	排放污水中硝胺炸药残留量测定	207
2-97	排放污水中苯系物含量测定	209
2-98	地面水中多环芳烃含量测定	210
2-99	蛋白质分子量测定	212
2-100	聚苯乙烯分子量测定	213
2-101	聚丙烯酸分子量测定	214
第三章	氨基酸仪分析方法	216
3-1	植物叶、果实、花粉中氨基酸含量测定	216
3-2	草鱼肉粉中氨基酸含量测定	219
3-3	岩石、煤块中氨基酸含量测定	221
3-4	猪肉、鸡蛋、奶粉中氨基酸含量测定	223
3-5	文冠果种核中氨基酸含量测定	224
3-6	动物饲料中氨基酸含量测定	226
3-7	蜂蜜酒中氨基酸含量测定	227
3-8	绞股蓝样品中氨基酸含量测定	228
3-9	复合氨基酸制剂中氨基酸含量测定	230
3-10	大豆、花生、核桃仁中氨基酸含量测定	231
3-11	味精发酵渣中氨基酸含量测定	232
3-12	葵花籽蛋白质氨基酸含量快速测定	234
3-13	猪血中氨基酸含量测定	236
3-14	花生、红枣中色氨酸含量测定	238
3-15	鱼粉中色氨酸含量测定	239
3-16	尿液、血清中游离氨基酸含量测定	240
3-17	花粉样品中游离氨基酸含量测定	243
3-18	人参果实中游离氨基酸含量测定	244
3-19	茶叶中游离氨基酸含量测定	246
3-20	粪肥中游离氨基酸含量测定	247
3-21	土壤中游离氨基酸含量测定	248
3-22	沙棘饮料中游离氨基酸含量测定	249
3-23	菜籽中氨基酸含量测定	250
3-24	半胱氨酸和蛋氨酸分析	252
3-25	蚂蚁蛋白水解氨基酸含量测定	253
3-26	沙棘果核中氨基酸含量测定	255
3-27	强酸性阳离子交换柱分离、荧光检测器检测色氨酸	257
3-28	β -乳球蛋白液中氨基酸含量测定	258
3-29	中草药中氨基酸含量测定	259
3-30	生理液中支链氨基酸的测定	261
第四章	气相色谱分析法	263

4-1	土壤中有機氯农药(666, DDT)的測定	263
4-2	土壤中三氯乙醛的測定	265
4-3	土壤中氯菊酯的殘留分析	266
4-4	植物样品中有機氯农药的殘留分析	268
4-5	柑桔中甲基布托津的殘留分析	269
4-6	菠萝中乙磷铝殘留量的測定	270
4-7	水果中抑霉唑的殘留分析	272
4-8	食品中噻氮灵的殘留分析	273
4-9	牛奶和牛肉中乐果殘留量的測定	275
4-10	小麦样品中乐果殘留量的測定	276
4-11	水果、蔬菜中扑杀磷的殘留分析	277
4-12	瓜果样品中涕灭威的殘留分析	279
4-13	棉籽样品中涕灭威的殘留分析	280
4-14	大豆中硫双威殘留量的測定	281
4-15	牛奶样品中绿草定的殘留分析	283
4-16	玉米样品中抑草威的殘留分析	284
4-17	水稻中杀草丹的殘留分析	285
4-18	甘蔗、土豆中莠灭净的殘留分析	286
4-19	鱼肉中西玛津的殘留分析	288
4-20	大豆和豆类饲料中消草醚殘留量的測定	289
4-21	蔬菜中除草醚殘留量的測定	290
4-22	大豆中伏草胺的殘留分析	292
4-23	橄欖果、苹果中殘留的萘乙酰胺分析	293
4-24	水体中666和DDT的測定	294
4-25	水体中有機磷农药的測定	296
4-26	水样中三氯乙醛的測定	297
4-27	水体中硝基苯类化合物的測定	299
4-28	水体中苯系物的測定(二硫化碳萃取-气相色谱法)	301
4-29	水体中苯系物的測定(顶空取样-气相色谱法)	302
4-30	水样中挥发性卤代烃的測定	303
4-31	水样中氯苯类化合物的測定	305
4-32	水体中硒的气相色谱測定	307
4-33	大气中CO、CO ₂ 、CH ₄ 的測定	308
4-34	大气中总烃和非甲烷烃的測定	310
4-35	大气中非甲烷烃的直接測定法	312
4-36	苹果中三碘苯甲酸的殘留分析	315
4-37	蜂王浆中10-羟基癸烯-2 酸的測定	316
4-38	蚊香中 α -T-丙烯菊酯的測定	317
4-39	油菜籽中芥酸含量的測定	318
4-40	血清中游离脂肪酸的測定	319
4-41	植物油的质量分析	321
4-42	复合菌肥固氮活性的測定	322
4-43	硝基甲苯(MNT)的測定	324

4-44	油墨印刷品上残留溶剂的分析	325
4-45	空气中微量腈化物的测定	326
4-46	杉树皮中单糖的测定	327
4-47	植物叶子中脱落酸的分析	328
4-48	香荚豆中香蓝素的测定	330
4-49	硝酸根离子的气相色谱测定	331
第五章	紫外-可见光分光光度法	333
5-1	土壤中全磷的测定	333
5-2	土壤中速效磷的测定	334
5-3	土壤中全硼的测定	335
5-4	土壤中有效硼的测定	336
5-5	土壤中全铝的测定	337
5-6	土壤中有效铝的测定	338
5-7	土壤中全铁的测定	339
5-8	土壤中有效铁的测定	341
5-9	土壤中有效铜的测定	342
5-10	土壤中全钛的测定	343
5-11	土壤样品中镉的测定	344
5-12	土壤样品中铬的测定	346
5-13	土壤样品中铅的测定	347
5-14	土壤样品中砷的测定	349
5-15	土壤样品中氯化物的测定	351
5-16	土壤样品中可溶性硫酸盐的测定	352
5-17	土壤样品中挥发酚的测定	353
5-18	植物样品中氮的测定	356
5-19	植物样品中全硫的测定	357
5-20	植物样品中全磷的测定	358
5-21	植物样品中铁的测定	359
5-22	植物样品中铝的测定	360
5-23	植物样品中钼的测定	361
5-24	植物样品中铬的测定	362
5-25	植物样品中铅的测定	363
5-26	植物样品中锡的测定	365
5-27	植物样品中锑的测定	367
5-28	植物样品中锆的测定	368
5-29	植物样品中硼的测定	370
5-30	植物样品中硒的测定	371
5-31	植物样品中碘的测定	372
5-32	植物样品中砷的测定	373
5-33	植物样品中挥发酚的测定	375
5-34	植物组织中叶绿素的测定	376
5-35	碳素钢中磷的测定	377
5-36	碳素钢中硅的测定	378

5-37	合金钢中磷的测定	379
5-38	合金钢中硅的测定	380
5-39	合金钢中镍的测定	381
5-40	合金钢中钼的测定	382
5-41	生铁中磷和硅的测定	383
5-42	生铁中锰的测定	383
5-43	锡青铜中镍含量的测定	384
5-44	铝铁青铜中铁含量的测定	385
5-45	纯铝中杂质铜含量的测定	386
5-46	纯铝中铁含量的测定	387
5-47	食品中维生素A的测定	388
5-48	维酶素药片中V _{B2} 的测定	389
5-49	食品中维生素C的测定	390
5-50	蜂蜜中脯氨酸的测定	391
5-51	食盐中碘含量的测定	392
5-52	鱼肉中有机砷和无机砷的测定	393
5-53	血宝冲剂饮料中三价铁和二价铁的测定	394
5-54	酱油色泽的测定	396
5-55	水样中亚硝酸盐的测定	396
5-56	水样中矿物油的测定	398
5-57	水样中甲醛的测定	399
5-58	水体中苯胺类化合物的测定	401
5-59	水体中阴离子表面活性剂的测定	402
5-60	水体中总氰化物的测定	404
5-61	水样中硫化物的测定	405
5-62	水样浊度的测定	407
第六章	常规仪器分析法	409
6-1	土壤中水分的测定	409
6-2	土壤中有机质的测定	410
6-3	土壤烧失量的测定	412
6-4	土壤pH值的测定	413
6-5	土壤样品中全氮的测定	414
6-6	土壤中硅的测定	415
6-7	土壤中铝的测定	417
6-8	土壤样品中钙和镁的测定	419
6-9	土壤样品中全钾的测定	421
6-10	土壤样品中全硫的测定	422
6-11	土壤中氟的测定	423
6-12	土壤中交换性酸的测定	424
6-13	土壤中碳酸盐的测定	426
6-14	土壤中水解氮的测定	427
6-15	土肥中腐植酸的测定	428
6-16	土壤的颗粒组成分析	429

6-17	植物样品中水分的测定	432
6-18	植物样品中灰分的测定	433
6-19	植物样品中全氮的测定	433
6-20	植物样品中砷的测定	435
6-21	植物样品中全氟的测定	436
6-22	植物样品中全氯的测定	438
6-23	植物样品中硅的测定	439
6-24	植物样品中钙和镁的测定	440
6-25	植物样品中总糖的测定	441
6-26	植物样品中脂肪的测定	443
6-27	植物样品中淀粉的测定	445
6-28	植物组织中粗纤维的测定	448
6-29	植物样品中果胶的测定	449
6-30	植物样品中单宁的测定	450
6-31	茶叶中咖啡因的测定	451
6-32	碳素钢中锰的测定	452
6-33	合金钢中铬的测定	453
6-34	巴氏合金中铟的测定	454
6-35	巴氏合金中锡的测定	455
6-36	巴氏合金中铅的测定	455
6-37	巴氏合金中铜的测定	456
6-38	紫铜及铜合金中铜含量的测定	458
6-39	锡青铜中锡含量的测定	459
6-40	锡青铜中锌含量的测定	459
6-41	锡青铜中铅含量的测定	461
6-42	锡磷青铜中磷含量的测定	461
6-43	无锡青铜中铝的测定	462
6-44	无锡青铜中铁的测定	463
6-45	食品中水分的测定	465
6-46	食品中灰分的测定	465
6-47	食品中脂肪的测定	465
6-48	食品中蛋白质的测定	466
6-49	食品中粗纤维的测定	467
6-50	食品中总碳水化合物的测定	468
6-51	食品中总糖的测定	468
6-52	食品中总酸度的测定	469
6-53	食品中防腐剂苯甲酸钠的测定	470
6-54	食品中硝酸盐的测定	471
6-55	食品中过氧化氢的测定	472
6-56	水产品中盐分的快速测定	473
6-57	白酒中总酯的测定	474
6-58	白酒中醛类化合物的测定	474
6-59	啤酒密度的测定	476

6-60	啤酒混浊度的测定	476
6-61	啤酒总酸度的测定	477
6-62	啤酒色度的测定	478
6-63	啤酒中二氧化碳的测定	478
6-64	啤酒中苦味质的测定	479
6-65	马铃薯毒素的测定	480
6-66	植物饲料中生氰配糖体的测定	480
6-67	水样中的残渣测定	481
6-68	水样矿化度的测定	482
6-69	水质硬度的测定	483
6-70	水样酸度的测定	484
6-71	水样碱度的测定	486
6-72	水样中溶解氧的测定	487
6-73	水样中氯化物的测定	489
6-74	水样中硫化物的测定	491
6-75	水样化学耗氧量 (CODCr) 的测定	492
6-76	水样中矿物油的测定	493
6-77	空气中汞蒸汽的测定	494
6-78	空气中硫化氢的测定	496
6-79	空气中微量氨的测定	497
6-80	空气中微量一氧化碳的测定	498
附录一	标准溶液的配制	500
附录二	常用指示剂的配制	503
附录三	缓冲溶液的配制	504
参考文献		507

第一章 原子吸收分光光度法

1-1 土壤矿质元素全量分析

〔方法要点〕

土壤矿质元素包括钾、钠、钙、镁、铝、钛、铜、锌、铁、锰等。通常采用氢氟酸-盐酸混合酸处理样品，使硅以 SiF_4 状态挥发除去，以减少原子吸收分析的干扰。

〔试剂〕

盐酸 ($d=1.19$, GR); 氢氟酸 (48%, GR); 氯化镧 (LaCl_3 , AR); 氯化铯 (CsCl , AR); 氯化钾 (KCl, GR); 氯化钠 (NaCl , GR); 碳酸钙 (CaCO_3 , GR); 镁条 (光谱纯); 铜丝 (99.99%); 二氧化钛 (TiO_2 , GR); 金属锌 (光谱纯); 金属锰 (光谱纯); 纯铁丝 (光谱纯); 硝酸 (AR); 铝丝 (光谱纯)。

〔仪器〕

原子吸收分光光度计; 钾、钠、钙、镁、铝、钛、铜、锌、铁、锰、空心阴极灯; 铂坩埚; 聚四氟乙烯烧杯; 高温电阻炉; 土壤粉碎机。

〔样品处理〕

将土壤样品风干，用粉碎机磨细过 100 目筛 (尼龙筛)，准确称取 1.000 ± 0.005 g 置于铂坩埚内 (如果土壤样品有机质含量高，应改用瓷坩埚)，在高温电阻炉内于 900°C 灼烧 20min。冷却后加入 20ml 氢氟酸和 20ml 盐酸 (如果使用瓷坩埚，应先将样品转移到聚四氟乙烯烧杯)，在通风柜内于 200°C 低温电炉上加热溶解并慢慢蒸发至干。然后再加 10ml 盐酸，继续蒸发至干。最后用 10ml 盐酸溶解残渣，并用无离子水转入 250ml 容量瓶内、定容、摇匀，用定量滤纸过滤，舍弃最初的 15ml 滤液，其余滤液收集于塑料瓶内，作为待测溶液。同时制备空白溶液。

〔测定〕

(一) 钾、钠的测定

根据待测溶液中钾、钠元素的含量用移液管取 5~25ml 待测溶液于 50ml 容量瓶内，加入 1ml 5% 氯化铯溶液，用无离子水定容。同时稀释空白溶液。

钾标准溶液：准确称取 0.1907 g 氯化钾，定溶于 1L 无离子水中，即 $100\mu\text{g}/\text{ml}$ 钾标准溶液。

钠标准溶液：准确称取 0.2542 g 氯化钠，定溶于 1L 无离子水中，即 $100\mu\text{g}/\text{ml}$ 钠标准溶液。

钾、钠混合标准工作溶液：取 5 只 50ml 容量瓶，分别加入 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 ml $100\mu\text{g}/\text{ml}$ 钾标准溶液和 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5ml $100\mu\text{g}/\text{ml}$ 钠标准溶液，再分别

加入 1ml 5% 氯化铯溶液，用无离子水定容，作为钾、钠混合标准工作溶液。

按照仪器使用说明书开启原子吸收分光光度计，换上钾(766.5nm)或钠(589.0nm)空心阴极灯，点燃空气-C₂H₂气火焰，将仪器调至最佳状态。然后依次测定空白、标准工作溶液系列和样品溶液，并记录相应的吸收值。

绘制吸收值与浓度标准工作曲线，从标准工作曲线上查出样品溶液浓度。现代的原子吸收分光光度计都具有浓度直读功能，可将直线范围内的标准溶液浓度与相应的吸收值输入仪器，从而直接读出样品溶液浓度值。

土壤样品中钠、钾的含量按下式计算：

$$K \text{ 或 } Na (\%) = \frac{C \times V \times D}{W \times 10^6 \times K_2} \times 100$$

式中 C——由标准工作曲线上查得的或仪器直接读出的浓度 (μg/ml)；

V——样品待测溶液体积 (ml)；

D——稀释倍数；

W——样品质量 (g)；

K₂——将风干土换算为烘干土的系数 (参看 6-1 土壤中水分的测定中注 1)。

(二) 钙、镁的测定

根据样品待测溶液中钙、镁的含量，移取 2~20ml 待测溶液于 50ml 容量瓶中，加入 1ml 5% LaCl₃ 溶液，用无离子水定容，摇匀，以备上机测定。同时稀释空白。

钙标准溶液：准确称取 0.2498 g 无水碳酸钙 (105℃ 烘干 2h)，加入 50ml 无离子水，滴加 1:1 盐酸溶液使其溶解，并用无离子水定容至 1L。即 100μg/ml 钙标准溶液。

镁标准溶液：准确称取 0.1000 g 镁条，滴加 1:1 盐酸溶液使其溶解，用 1% 盐酸溶液稀至 1L，即 100μg/ml 镁标准溶液。

钙、镁混合标准工作溶液：取 5 只 50ml 容量瓶，分别加入 0.05、0.10、0.15、0.20、0.25ml 100μg/ml 镁标准溶液和 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5ml 100μg/ml 钙标准溶液，再分别加入 1ml 5% LaCl₃ 溶液，用无离子水定容，即钙、镁混合标准工作溶液系列。

开启原子吸收分光光度计，点燃空气-C₂H₂气火焰，分别在波长 422.7nm 和 285.2nm 测定钙和镁。

土壤样品中钙、镁的含量，按钾、钠的计算公式计算。

(三) 铜、锌、铁、锰的测定

铜标准溶液：准确称取 0.1000 g 铜丝 (光谱纯)，加少量 1:1 硝酸溶液使其溶解，用 1% 硝酸溶液稀至 1L，即 100μg/ml 铜标准溶液。

锌标准溶液：准确称取 0.1000 g 锌粒 (光谱纯)，加少量 1:1 盐酸溶液使其溶解，用 1% 盐酸溶液稀至 1L，即 100μg/ml 锌标准溶液。

铁标准溶液：准确称取 0.1000 g 纯铁丝 (光谱纯)，溶于 50ml 1:1 硝酸溶液中，用无离子水稀至 1L，即 100μg/ml 铁标准溶液。

锰标准溶液：准确称取 0.1000 g 金属锰 (光谱纯)，加少量 1:1 硝酸溶液使其溶解，用 1% 硝酸溶液稀至 1L，即 100μg/ml 锰标准溶液。

铜、锌、铁、锰混合标准工作溶液：取 5 只 100ml 容量瓶，分别加入 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 100μg/ml 铜、铁、锰标准溶液和 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5ml 100μg/ml 锌

标准溶液，用无离子水定容，即铜、锌、铁、锰混合标准工作溶液系列。

按仪器说明书开启原子吸收分光光度计，点燃空气-C₂H₂气火焰，分别在波长324.7 nm、213.9nm、248.3nm、279.5nm测定铜、锌、铁、锰的浓度。

土壤样品中铜、锌、铁、锰的含量，按下式计算：

$$\text{Cu、Zn、Fe 或 Mn } (\mu\text{g/g}) = \frac{C \times V}{W \times K_2}$$

式中 C——从标准工作曲线上查得的或由仪器直接读出的浓度 (μg/ml)；

V——样品待测溶液体积 (ml)；

W——样品质量 (g)；

K₂——将风干土换算为烘干土的系数 (参看 6-1 土壤中水分的测定注 1)。

(四) 铝、钛的测定

铝标准溶液：准确称取 0.1000 g 铝箔 (光谱纯)，滴加 1:1 盐酸溶液使其溶解 (为加速溶解，可加入 1 滴汞作催化剂)，用 1% 盐酸溶液稀至 1L，即 100μg/ml 铝标准溶液。

钛标准溶液：准确称取 0.1668 g 二氧化钛 (TiO₂, GR)，用 1:1 盐酸溶液溶解并定容至 1L，即 100μg/ml 钛标准溶液。

铝、钛混合标准工作溶液：取 5 只 50ml 容量瓶，分别加入 5、10、15、20、25ml 100 μg/ml 铝和钛标准溶液，用 10% 盐酸溶液稀至 50ml，即铝、钛混合标准工作溶液系列。

开启原子吸收分光光度计，按规程点燃 N₂O-C₂H₂ 气火焰，分别在波长 309.3nm 和 365.3nm 测定铝和钛。绘制吸收值与浓度标准工作曲线，或者将标准浓度与相应的吸收值输入仪器，直接读出浓度值。

土壤样品中铝和钛的含量按下式计算：

$$\text{Al 或 Ti } (\%) = \frac{C \times D \times V}{W \times 10^6 \times K_2} \times 100$$

式中 C——从标准工作曲线上查得的或由仪器直接测出的浓度 (μg/ml)；

V——样品待测溶液体积 (ml)；

D——稀释倍数；

W——土壤样品质量 (g)；

K₂——将风干土换算为烘干土的系数 (参看 6-1 土壤中水分的测定注 1)。

〔注〕

使用 N₂O-C₂H₂ 火焰，点火、灭火时要严格按仪器说明书规程进行，以防回火，发生危险。

1-2 土壤中微量元素的测定

〔方法要点〕

土壤中的微量元素几乎包括地壳中的全部元素，本法只涉及土壤中经常分析的几种元素：铅、镍、铬、钴、镉、钼的测定。土壤样品中这几种元素的含量：Pb 2~200μg/g，平均 14μg/g；Ni 5~500μg/g，平均 100μg/g；Cr 5~1000μg/g，平均 200μg/g；Co 1~