|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 13.080 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png HNNMIA |   Z18 |

     团体标准

T/HNNMIA. 001—2023

土壤和沉积物

水溶性硫酸根的测定

水浸取-电感耦合等离子体原子发射光谱法

Soil and sediment—

Determination of water solubility sulfate content —

by extraction with water--Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

河南省有色金属行业协会       发布

目次

[前言 II](#_Toc151630143)

[1 范围 1](#_Toc151630144)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc151630145)

[3 术语和定义 1](#_Toc151630146)

[4 方法原理 1](#_Toc151630147)

[5 试剂和材料 1](#_Toc151630148)

[6 仪器设备 2](#_Toc151630149)

[7 样品 2](#_Toc151630150)

[8 试验步骤 2](#_Toc151630151)

[9 试验数据处理 2](#_Toc151630152)

[10 精密度 3](#_Toc151630153)

[11 正确度 3](#_Toc151630154)

[12 试验报告 3](#_Toc151630155)

[附录A（资料性） 仪器参考工作条件 4](#_Toc151630156)

[附录B（资料性） 实验室间协作试验数据统计结果 5](#_Toc151630157)

[参考文献 6](#_Toc151630158)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由河南省地质局地质灾害防治中心提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南省地质局地质灾害防治中心。

本文件主要起草人：申硕果、吴建政、胡家祯、高志军、张海洋、来佳仪、郭家凡、李小辉、刘丽、钟莅湘、张芳、刘勉、袁海燕、丰轩、杜华涛、冯瑞选、陈浩凤。

土壤和沉积物

水溶性硫酸根的测定

水浸取-电感耦合等离子体原子发射光谱法

* 1. 范围

本文件描述了采用水浸取-电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤和沉积物样品中水溶性硫酸根的方法。

本文件适用于土壤和沉积物样品中水溶性硫酸根的测定，测定下限为 1.04 mg/kg。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 4 部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 方法原理

在 22 ℃～26 ℃的室温下，使用新制备的去离子水采用回旋振荡方式对通过 2 mm筛孔的风干样品振荡浸取 10 min，经离心分离后，由电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定浸取液，在一定浓度范围内，硫元素的发射强度与硫元素的质量浓度成正比，通过测定硫元素的发射强度计算样品中水溶性硫酸根含量。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，在分析中使用的试剂均为优级纯。分析中使用的纯水为符合 GB/T 6682 规定的二级水，实验用水为新制备的去离子水。

* + 1. 无水硫酸钠（光谱纯）。
    2. 硫酸根标准储备溶液（1.00 mg/mL）。

称取 0.7394 g无水硫酸钠（光谱纯，110 ℃烘干），使用二次去离子水溶解，并移入 500 mL容量瓶，以二次去离子水定容，摇匀；或采用有证标准溶液。

* + 1. 离心瓶：聚丙烯材质，250 mL。
    2. 烧杯：100 mL。
    3. 微孔滤膜：0.45 μm。
    4. 氩气：高纯级，纯度≥99.99。
  1. 仪器设备
     1. 电感耦合等离子体发射光谱仪，推荐工作条件见附录A。
     2. 恒温振荡器：振荡频率（40 r/min～300 r/min），温度（5 ℃～60 ℃），时间（0 h～99 h）。
     3. 高速冷冻离心机：最高转速（21000 r/min），温度（-20 ℃～40 ℃），时间（1 /min～99 h59min）。
     4. 台式天平：精度 0.01 g。
  2. 样品
     1. 按照 LY/T 1251-1999 中森林土壤水溶性盐分分析试样的制备规定制取实验室试样，试样为通过 2 mm筛孔的风干土样。
     2. 样品制备完成后，装入牛皮纸袋或塑料瓶中备用。
     3. 称取 30.00 g试样（7.2），精确至 0.01 g。
  3. 试验步骤
     1. 空白试验

随同试样进行两份空白试验。

* + 1. 验证试验

随同试样同时分析相同类型、含量相近的国家标准物质。

* + 1. 试液制备

将试料（7.3）放入 250 mL大口塑料离心瓶（6.5）中，准确加入 150 mL去离子水，拧紧瓶盖。充分混匀后置于数显调速多用振荡器（6.2）上，将振荡频率调节为 230~240 r/min，以回旋振荡浸取方式在室温为 22~28 ℃的情况下振荡 10 min，立即取下，置于已调节转速为 5000 r/min、温度为 25 ℃的高速冷冻离心机（6.3）中离心 10 min。用微孔滤膜（5.5）过滤消除待测液中悬浮物，收集滤液。

* + 1. 测定

按照附录A设置仪器工作条件，选择 180.713 nm作为测定波长，建立分析方法，按测定条件分别测定空白试验溶液（8.1）、标准物质溶液（8.2）和样品溶液（8.3）中硫酸根的质量浓度。如果试样浓度超过校准曲线最高点，可稀释测定。

* + 1. 校准曲线的绘制

于一组 100 mL容量瓶中，分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、50.00 mL硫酸根标准溶液（5.1），用二次去离子水稀释至刻度，摇匀，硫酸根的浓度依次为：0 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、500 μg/mL，按浓度由低到高顺序依次测定其发射强度。以校准溶液系列中硫酸根的质量浓度为横坐标，校准溶液系列测定发射强度值为纵坐标，由计算机自动绘制校准曲线并储存。从校准曲线上查得试样提取液中硫酸根的浓度值。

* 1. 试验数据处理

土壤和沉积物样品中硫酸根的含量 ω 以质量分数计[数值单位为毫克每千克（mg/kg）]，按公式（ 1）计算：

()

式中：

*ρ*—— 从校准曲线上查得试样溶液中硫酸根的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρo*—— 从校准曲线上查得空白试验溶液中硫酸根的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V* ——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

*m* ——样品质量，单位为克（g）。

数值修约按照GB/T 8170 执行，计算结果表示为：0.XX、X.XX、XX.X、XXX、XXX

* 1. 精密度
     1. 按照GB/T 6379.2 规定的方法，确定水浸取-电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤和沉积物样品中水溶性硫酸根含量的重复性和再现性，方法精密度数据统计结果见表1和附录B相关部分。
     2. 在重复性条件下获得的两次独立的测试结果，在表1给出的水平范围内，其绝对差值超过重复性限（*r*）的情况不超过5 %，重复性限（*r*）按表1所列方程式计算。
     3. 在再现性条件下获得的两次独立的测试结果，在表1给出的水平范围内，其绝对差值超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表1所列方程式计算。

1. 精密度

单位为毫克每千克

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **成分** | **精密度试验水平*m*（*mg/kg*）** | **重复性限  *r*** | **再现性限 *R*** |
| SO42- | 37.0~7150 | *r* = 0.5521+0.0058*m* | *R* = -0.4293+0.0211*m* |
| 注：精密度数据是按照GB/T 6379.2 规定的方法，由 7 家实验室对 5 个含量水平样品，分别在重复性条件下测定4次，对数据统计剔除离群值后计算得到。 | | | |

* 1. 正确度

按照GB/T 6379.4 规定的方法，确定土壤和沉积物 水溶性硫酸根的测定 水浸取-电感耦合等离子体发射光谱法正确度的数据统计见附录B。

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

1. 本部分编号、名称及所使用的方法；
2. 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
3. 以适当的形式表达试验结果；
4. 试验过程中出现的异常现象；
5. 在本部分中没有明确说明或可选择的、可能影响结果的任何操作
6. 试验、审核等相关责任人的签名。
8. （资料性）  
   仪器参考工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件见表A.1。

* 1. 电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **参数** | **设定值** | **参数** | **设定值** |
| 等离子气流量 | 15 L/min | 观测高度 | 12 mm |
| 辅助气流量 | 0.5 L/min | 长波积分时间 | 6 s |
| 雾化气流量 | 0.2 L/min | 短波积分时间 | 15 s |
| 高频功率 | 1.15 KW | 样品冲洗时间 | 30 s |

1. （资料性）  
   实验室间协作试验数据统计结果

按照GB/T 6379.2 和GB/T 6379.4 规定的方法,通过实验室间协作试验,确定测量方法的重复性限与再现性限以及测量的方法偏倚,数据统计结果见表 B.1。

* 1. 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计参数 | ASA-19 | ASA-2b-CZ | ASA-1b-CZ | ASA-6a | ASA-8a-CZ |
| 重复测定次数 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| 可接受结果的实验室数 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 测试结果总平均值（*mg/kg*） | 36.8 | 168 | 258 | 342 | 6969 |
| 标准物质认定值（*mg/kg*） | 37.0 | 160 | 250 | 335 | 7150 |
| 重复性标准差（*Sr*） | 0.73387 | 1.97001 | 2.57275 | 2.00891 | 43.31872 |
| 再现性标准差（*SR*） | 1.10725 | 4.23316 | 8.83311 | 17.09637 | 111.59909 |
| *γ* = *SR* / *S*r | 1.509 | 2.149 | 3.433 | 8.510 | 2.576 |
| *A* | 0.780 | 0.761 | 0.749 | 0.742 | 0.755 |
| *A*\**SR* | 0.864 | 3.220 | 6.613 | 12.687 | 84.216 |
| 测量方法的偏倚（δ） | -0.200 | 8.286 | 8.357 | 7.036 | -181.179 |
| *δ*-*A*\**S*R | -1.064 | 5.066 | 1.744 | -5.651 | -265.395 |
| *δ*+*A*\**SR* | 0.664 | 11.505 | 14.970 | 19.723 | -96.962 |
| *RE*% | -0.54 | 5.00 | 3.2 | 2.09 | -2.53 |

参考文献

1. GB/T 2000.1-2014 标准化工作指南 第1部分：标准化和相关活动的通用术语
2. LY/T 1251-1999 森林土壤水溶性盐分分析

