



中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0253.2—2014

生态地球化学评价动植物样品分析方法 第 2 部分：硒量的测定 原子荧光光谱法

Analytic methods for biologic samples in eco-geochemistry assessment—
Part 2: Determination of selenium content—
Fluorescent spectrophotometry

2014-04-15 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国国土资源部 发 布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂 1

5 仪器和设备 2

6 试样 2

7 分析步骤 2

8 结果计算 3

9 精密度 3

10 正确度..... 4

11 质量保证与控制..... 4

附录 A（资料性附录） 仪器参考工作条件 5

前 言

DZ/T 0253.2—2014《生态地球化学评价动植物样品分析方法》分为 4 个部分：

- 第 1 部分：锂、硼、砷等 19 个元素量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法；
- 第 2 部分：硒量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：总汞的测定 冷原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：氟量的测定 扩散-分光光度法。

本部分为 DZ/T 0253 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草人：孙德忠、马生凤、范凡、王苏明、许春雪、安子怡。

引 言

生态地球化学调查评价样品的分析,是随着多目标地球化学的调查工作逐步开展和深化而进行的一项分析工作,其目的是依据多目标地球化学的调查结果或其他区域地球化学的调查结果,对各个生态系统,包括江河生态系统、农田生态系统、城市生态系统、浅海生态系统、草原生态系统进行评价。

在生态地球化学调查的评价阶段,依据土壤圈的调查结果,进一步追索元素在岩石圈、土壤圈、水圈与生物圈中的迁移转化及其产生的生态效应,选择典型和代表性地区,进行多介质采样和选择性指标的分量分析和活动态分析,生物(包括动、植物)是该阶段分析测试主要工作对象之一。

组成生物的元素均来自地质环境,生物通过不断与环境交换物质,这种交换涉及固相(岩石圈)、液相(水圈)和气相(大气圈),最终趋于一种动态平衡。来自地壳表层的地球化学元素,由母岩通过风化作用释放出来进入土壤,然后活化成有效态被植物吸收。进入植物体的元素必然会对其生长发育产生影响,从而影响植物的产量、品质,再通过食物链进入动物和人体,并同样会对动物和人体的生长、健康产生重要影响。因此生态地球化学评价最终要用生物样品分析来说明问题。

生态地球化学评价动植物样品分析方法

第2部分:硒量的测定

原子荧光光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

DZ/T 0253 的本部分规定了生态地球化学评价动植物试样中硒量的原子荧光光谱测定方法。

本部分适用于生态地球化学评价动植物试样中硒量的原子荧光光谱测定。

方法检出限为 $0.007 \mu\text{g/g}$ 。

硒的测定范围为 $0.02 \mu\text{g/g} \sim 10 \mu\text{g/g}$ 。

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 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

DZ/T 0253.1—2014 生态地球化学评价动植物样品分析方法 第1部分:锂、硼、钒等19个元素量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法

3 原理

试料用硝酸和过氧化氢在专用微波消解仪中高温高压密闭消解,在 6 mol/L 盐酸介质中,将试料中的六价硒还原成四价硒,用硼氢化钠(NaBH_4)或硼氢化钾(KBH_4)作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢(H_2Se),由载气(氩气)带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯照射下,基态硒原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比。与标准系列比较定量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用符合国家标准的优级纯试剂和蒸馏水或同等纯度水。主要试剂包括:

4.1 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

4.2 过氧化氢[$w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$]。

4.3 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。