

ICS 67.050
Z 39

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0253.2—2014

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

中华人民共和国地质矿产
行业标准
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
DZ/T 0253.2—2014

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2014 年 6 月第一版 2014 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-27119 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



DZ/T 0253.2—2014

2014-04-15 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国国土资源部 发布

10 正确度

按 GB/T 6379.4 规定的方法,选择 6 个不同类型、不同含量范围的动植物试样,在 11 个实验室进行了方法正确度试验,得到的方法正确度数据见表 2。

表 2 动植物样品中硒含量:重复性与再现性标准差及测量方法偏倚的估计 单位为 $\mu\text{g/g}$

统计参数	水 平					
	1	2	3	4	5	6
可接受实验室数(p)	9	9	9	11	11	8
重复性标准差(S_r)	0.002 5	0.010 5	0.078	0.004 6	0.004 4	0.044
再现性标准差(S_R)	0.004 3	0.056 4	0.784	0.022 3	0.010 6	0.166
总平均值(\bar{y})	0.043	0.512	5.61	0.073	0.070	1.78
标样值(μ)	0.053	0.490	5.10	0.100	0.066	1.54
测量方法偏倚(δ)	-0.010	0.022	0.51	-0.027	0.004	0.24
$\delta-ASR^a$	-0.013	-0.015	0.00	-0.040	-0.001	0.13
$\delta+ASR$	-0.008	0.058	1.02	-0.014	0.010	0.35

^a ASR 为测量方法的偏倚的 95% 的置信区间。

11 质量保证与控制

分析测试过程中,应同时采用标准物质、空白试验和重复分析等方法进行质量保证与控制。

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

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 高氯酸($\rho=1.76$ g/mL)。

警示——易爆品,小心操作!

4.6 硼氢化钾-氢氧化钾溶液。称取 2.5 g 氢氧化钾溶于 500 mL 水中,加 10 g 硼氢化钾溶解,加入 1 mL 正辛醇或磷酸三丁酯,搅拌均匀,用时现配。

注:正辛醇或磷酸三丁酯为消泡剂。

4.7 铁氰化钾溶液{ $\rho[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]=100$ g/L}。称取 10.0 g 铁氰化钾,用水溶解后并稀释至 100 mL,摇匀。

4.8 硒标准溶液:

- 硒标准储备溶液[$\rho(\text{Se})=100.0$ $\mu\text{g}/\text{mL}$]。称取 100.0 mg 硒粉(光谱纯)(精确至 0.1 mg),于 100 mL 烧杯中,溶于少量硝酸(4.1)中,加 2 mL 高氯酸(4.5),置沸水浴中加热 3 h~4 h,取下,冷却后再加 10 mL 盐酸(4.3),再置沸水浴中煮 2 min,取下,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- 硒标准溶液[$\rho(\text{Se})=1.0$ $\mu\text{g}/\text{mL}$]。移取 1.00 mL 硒标准储备液[a)]置于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,摇匀;
- 硒标准溶液[$\rho(\text{Se})=0.1$ $\mu\text{g}/\text{mL}$]。移取 10.00 mL 硒标准储备液[a)]置于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

5.2 原子荧光光谱仪,附硒特制空心阴极灯。

5.3 微波消解仪,附微波消解仪专用消解罐(XP1500)。

5.4 温控式电热板:最高温度为 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 排气式移液器:规格分别为 10 μL ~100 μL 、100 μL ~1 000 μL 、1 mL~5 mL。

6 试样

有关试样的采集和制备参见 DZ/T 0253.1—2014 中附录 B。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试料中硒含量高低,称取固体、半固体均匀试料 0.2 g~1.0 g(按干样计算,最大取样量不超过 1 g,精确至 0.1 mg);吸取液体试料 0.5 mL~3.0 mL(精确至 1 μL)。

7.2 空白实验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂须取自同一瓶,加入同等的量。

7.3 验证实验

随同试料分析同类型,含量相近的标准物质,如没有合适的标准物质应采用加标回收方法。

7.4 试料分解

将试料置于专用微波消解罐(5.3)中,加 2 mL~5 mL 硝酸(4.1),加 1 mL~2 mL 过氧化氢(4.2),

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。