

原子吸收测定土壤镍的测量不确定度评定研究^①

王如海^{1,2}, 蒋倩², 朱小芳^{1,3}, 王曦^{1,2}, 钱薇²,
龚华², 倪俊², 韩勇^{2*}, 俞元春^{1*}

(1 南京林业大学森林资源与环境学院, 南京 210037; 2 土壤与农业可持续发展国家重点实验室(中国科学院南京土壤研究所), 南京 210008; 3 南京市产品质量监督检验院, 南京 210028)

摘要: 本文评定了火焰原子吸收测定土壤中镍含量的测量不确定度。以标准土壤样品(GSW 17401)为测试对象, 通过应用火焰原子吸收法测定土壤镍含量, 对其测量不确定度的来源、计算和结果表示等问题进行探讨。样品消解前处理产生的不确定度最大, 标准曲线拟合测定溶液产生的不确定度其次。在测定中前处理和标准曲线拟合测定溶液应给予足够重视, 以减小测量不确定度。

关键词: 火焰原子吸收; 土壤; 镍; 测量不确定度

中图分类号: S151.9⁺5

1995年ISO等7个国际组织共同发布了测量不确定度表述指南(GUM 95)^[1]。1999年我国颁布了《测量不确定度评定与表示》(JJF-1059), 以规范形式对测量不确定度评定和表示的通用规则作了具体规定^[2]。2011年中国合格评定国家认可委员会颁布的《测量不确定度的要求》(CNAS-CL07)指出: 检测实验室应有能力对每一项有数值要求的测量结果进行测量不确定度评估。当不确定度与检测结果的有效性或应用有关、或在用户有要求时、或当不确定度影响到对规范限度的复合性时、当测试方法中有规定时和CNAS有要求时, 检测报告必须提供测量结果的不确定度^[3-6]。测量不确定度理论在各领域有着广泛的应用^[7-12]。

在土壤学的研究和应用中, 习惯以各种误差(如允许误差、绝对误差、相对误差、标准误差)、准确度和精密度等来表示被测量值的数据质量, 缺少统一的比较标准, 给检测结果的应用带来许多困扰。不确定度评定作为误差理论的最新进展在土壤检测中的应用, 对提高土壤数据质量、促进土壤科学的进步和国际交流都将发挥重要的作用。

在土壤化学分析领域中, 测量不确定度已经有了一些应用, 但是还不普及^[13-24]。测量不确定度评定过程大致包括测量过程、建立数学模型, 测量不确定

度分量的识别、测量不确定度分量的量化、合成不确定度、扩展不确定度以及测量不确定度报告这样几个步骤。本文以标准土壤样品(GSW 17401)为测试对象, 通过应用火焰原子吸收法测定土壤镍含量, 对其测量不确定度的来源、计算和结果表示等问题进行探讨。

1 测量不确定度评定

1.1 仪器与试剂

火焰原子吸收光谱仪(美国 Varian 220FS); 电子天平(德国 Sartorius BS110S); 控温不锈钢电热板(美国 Labtech DB-1B); 超纯水机(艾科浦 AJY-6000-U)。

硝酸、氢氟酸、高氯酸: 均为优级纯, 购自南京化学试剂有限公司; 镍储备液: (1 000 ± 3)mg/L, 购自国家标准物质研究中心; 实验用水为超纯水(电阻率: 18.23 M \cdot cm)。

1.2 测量过程

以测定国家土壤标准样品(GSW 07401)中镍的含量的过程为研究对象, 对测量结果进行测量不确定度评定。按照 GB/T 17139-1997 分析方法^[25], 称取 0.5036 g 土壤标准样品于 50 ml 聚四氟乙烯坩埚中, 采用硝酸、氢氟酸、高氯酸全分解方法消解后定容到 25.0 ml 的容量瓶中。火焰原子吸收测定土壤样品消

基金项目: 国家自然科学基金项目(31270664), 土壤与农业可持续发展国家重点实验室(中国科学院南京土壤研究所)开放基金项目(Y052010006)和江苏高校优势学科建设工程项目(PAPD)资助。

* 通讯作者(hanyong@issas.ac.cn; ycyu@njfu.edu.cn)

作者简介: 王如海(1980—), 男, 江苏东台人, 工程师, 硕士, 主要从事土壤与环境分析研究。E-mail: rhwang@issas.ac.cn

解液中镍的质量浓度为 0.42 mg/L，经过计算得出样品含镍 20.8 mg/kg。

1.3 建立数学模型

$$w_{(Ni)} = \frac{\rho \times V \times t_s}{m}$$

式中， $w_{(Ni)}$ ：土壤中镍的质量分数，mg/kg； ρ ：测定消解液中镍的质量浓度，mg/L； V ：试液定容的体积，ml； m ：称取试样的质量，g； t_s ：稀释因子。

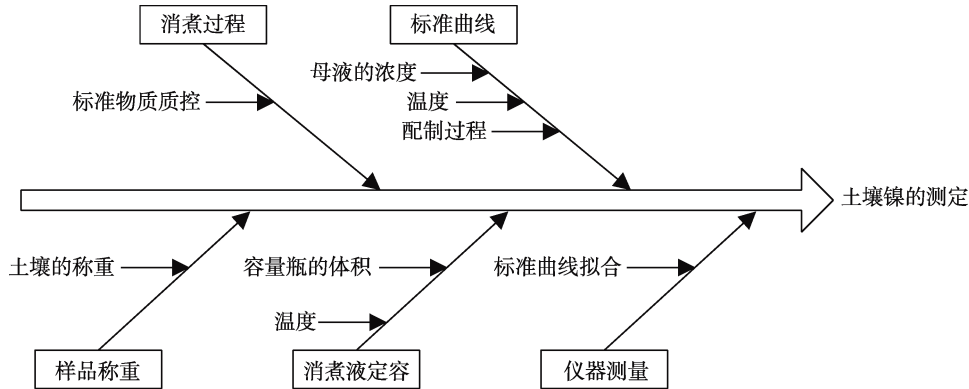


图 1 测量不确定度来源分析鱼骨图

Fig. 1 Fishbone diagram of measurement uncertainty sources

1.5 测量不确定度分量的量化

测量不确定度分量的量化就是利用不确定度 A 类和 B 类评定方法对不确定度分量进行评定。对观测列进行统计分析的方法来评定标准不确定度，称为不确定度 A 类评定。不同于对观测列进行统计分析的方法来评定标准不确定度，称为不确定度 B 类评定。

1.5.1 土壤称样产生的不确定度 天平最大允许误差(MPE)为 ± 0.0002 g，按均匀分布计算 $k = \sqrt{3}$ ，则称量引入的标准不确定度为 $u_1 = \frac{0.0002}{\sqrt{3}} = 0.000115$ g，

$u_{rel1} = \frac{0.000115}{0.5036} = 0.000229$ 。此处及本文以下 u_i ：表示第 i 个分量的标准不确定度； u_{reli} ：表示第 i 个分量的相对标准不确定度。

1.5.2 土壤消煮产生的不确定度 以国家土壤标准样品 GSW 07402 为质控物质，其 Ni 含量为 (19.4 ± 1.3) mg/kg。平行测定 11 份，测得其 Ni 含量分别为 19.6, 19.5, 18.3, 19.6, 20.4, 18.6, 20.2, 18.9, 19.7, 20.0, 18.8 mg/kg。负方向相差的最大 $b_- = 19.4 - 18.3 = 1.1$ 和正方向相差的最大 $b_+ = 20.4 - 19.4 = 1.0$ 。即 b_+

b_- ， $u_2 = \frac{b_- + b_+}{2\sqrt{3}} = 0.6062$ mg/kg， $u_{rel2} = \frac{0.6062}{19.4} = 0.031248$ 。

1.5.3 消煮液定容体积产生的不确定度 定容使

1.4 测量不确定度分量的识别

火焰原子吸收测定土壤镍含量的测量不确定度来源分析鱼骨图，见图 1。通过来源分析，测量不确定度分量包括：土壤称样产生的不确定度、土壤消煮产生的不确定度、消煮液定容体积产生的不确定度、玻璃容器及其溶液因温度变化产生的不确定度、标准曲线母液产生的不确定度、标准曲线拟合测定溶液产生的不确定度。

用的 A 级 25.0 ml 的容量瓶最大允差 MPE 为 ± 0.03 ml，按均匀分布计算 $k = \sqrt{3}$ ，其标准不确定度为 $u_3 = \frac{0.03}{\sqrt{3}} = 0.017321$ ml， $u_{rel3} = \frac{0.017321}{25} = 0.000693$ 。

1.5.4 玻璃容器及其溶液因温度变化产生的不确定度 由于玻璃的膨胀系数很小，在温度变化不大的情况下，玻璃容器的容积改变可以忽略不计。假设实际操作中，温度与校正温度(20℃)相差 3℃，20℃时水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 。假设 V ml 的容器变化区间为 $\pm V \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}$ 。按照均匀分布计算， $k = \sqrt{3}$ ，按照 B 类不确定评定， $u_i = \frac{a}{k} = \frac{V_i \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}}$ 。多个容器内的液体合成

不确定度则为 $u = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + \dots + u_i^2} = \frac{3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}}$

$$\sqrt{V_1^2 + V_2^2 + \dots + V_i^2}; u_{rel} = \sqrt{\left(\frac{u_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{u_2}{V_2}\right)^2 + \dots + \left(\frac{u_i}{V_i}\right)^2} = \frac{3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} \sqrt{1^2 + 1^2 + \dots + 1^2}.$$

本实验中从 1 000 mg/L 的储备液，使用 10 ml 移液管吸取 10 ml 稀释到 100 ml 容量瓶中，得到 100 mg/L 的中间液。使用 5 ml 移液管吸取 5 ml 稀释到 100 ml 容量瓶中，得到 5 mg/L 的母液。再用 5 ml 的吸量管分别吸取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 ml

的母液至 25 ml 容量瓶中，得到 0.00，0.20，0.40，0.60，0.80，1.00 mg/L 的一个系列的标准曲线。共用到的容器有：10 ml 移液管，100 ml 容量瓶，5 ml 移液管，100 ml 容量瓶，5 ml 的吸量管，25 ml 容量瓶。

$$u_4 = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + \dots + u_i^2} = \frac{3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}}$$

$$\sqrt{10^2 + 100^2 + 5^2 + 100^2 + 5^2 + 25^2} = 0.0524 ;$$

$$u_{rel4} = \frac{3 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} \times \sqrt{6} = 0.0008908。$$

1.5.5 标准曲线母液产生的不确定度 镍标准储备液：(1 000 ± 3)mg/L，按均匀分布计算， $k = \sqrt{3}$ ，

$$u = \frac{3}{\sqrt{3}}，u_{rel5} = \frac{3}{1000\sqrt{3}} = 0.001732，标准曲线最高点的标准不确定度：u_5 = u_{rel} \times 1 = \frac{3}{1000\sqrt{3}} \times 1 = 0.001732。$$

1.5.6 标准曲线稀释产生的不确定度 从 1 000 mg/L 的储备液，使用 10 ml 移液管吸取 10 ml 稀释到 100 ml 容量瓶中，得到 100 mg/L 的中间液。使用 5 ml 移液管吸取 5 ml 稀释到 100 ml 容量瓶中，得到 5 mg/L 的母液。根据常用玻璃量器检定规程^[26]，以标准曲线最高点 1.00 mg/L 计算，在此过程中，共用到的

容器有：10.0 ml 移液管的容量允差 ± 0.020 ml，两次使用 100.0 ml 容量瓶的容量允差 ± 0.100 ml，5.0 ml 移液管的容量允差 ± 0.015 ml，5 ml 的吸量管的容量允差 ± 0.025 ml，25 ml 容量瓶的容量允差 ± 0.030 ml。按照均匀分布计算， $k = \sqrt{3}$ ，

$$u_6 = \sqrt{\left(\frac{0.020}{\sqrt{3}}\right)^2 + 2 \times \left(\frac{0.100}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.015}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.025}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.030}{\sqrt{3}}\right)^2}$$

$$= 0.0859 ;$$

$$u_{rel6} = \sqrt{\left(\frac{0.020}{10\sqrt{3}}\right)^2 + 2 \times \left(\frac{0.100}{100\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.015}{5\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.025}{5\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.030}{25\sqrt{3}}\right)^2}$$

$$= 0.0037。$$

1.5.7 标准曲线拟合测定溶液产生的不确定度 最小二乘法计算标准曲线拟合测定溶液产生的

不确定度，此时所得的测量不确定度包括了待测液测量过程由于随机效应所产生的测量不确定度。采用最小二乘法对标准溶液得到的测量数据进行线性回归，数学模型为： $A_i = a + b\rho_i$ 。镍标准储备液配制 5 种质量浓度的标准溶液为 0.00，0.20，0.40，0.60，0.80，1.00 mg/L，用原子吸收光谱法测量上述标准溶液的吸光度，每种质量标准溶液测量 4 次，测量数据见表 1。根据测量数据和最小二乘法求得标准曲线参数 b、a 及 $s(A)$ 。

表 1 火焰原子吸收标准曲线点的吸光度
Table 1 Concentration and absorbency of standard curve

质量浓度 ρ_i (mg/L)	吸光度 A_i			
	第一次	第二次	第三次	第四次
0.00	0.0017	0.0006	0.0000	0.0030
0.20	0.0185	0.0189	0.0181	0.0165
0.40	0.0345	0.0349	0.0349	0.0349
0.60	0.0536	0.0517	0.0528	0.0537
0.80	0.0696	0.0698	0.0692	0.0701
1.00	0.0859	0.0876	0.0842	0.0868

$$b = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} = \frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})(A_i - \bar{A})}{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})^2} = 0.08531$$

$$a = \bar{A} - b\bar{\rho} = 0.011571$$

$$s(A) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n v_i^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - a - b\rho_i)^2}{n-2}} = 0.000989$$

$$u_{(\rho_0)7} = \frac{s(A)}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(\rho_0 - \bar{\rho})^2}{S_{xx}}} = \frac{0.000989}{0.08531}$$

$$\sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{24} + \frac{(0.42 - 0.5)^2}{2.8}} = 0.00712 \text{ mg/L}$$

$$u_{(\rho_0)rel7} = \frac{u(\rho_0)}{\rho_0} = \frac{0.00712}{0.42} = 0.016952$$

式中， $s(A)$ ：残差的标准偏差； P ：实际分析样品重复测定的次数； ρ_0 ：实际分析样品所测定得到的浓度； S_{xx} ：在计算最小二乘法中的数据，每一个 x 与 \bar{x} 差的平方和； $u(\rho_0)$ ：标准曲线拟合测定溶液产生的不确定度； $u_{(\rho_0)rel}$ ：标准曲线拟合测定溶液产生的相对不确定度。

1.6 合成标准不确定度及扩展不确定度

当测量不确定度的标准不确定度由若干个标准不确定度分量构成时，按平方和开方根合成得到标准不确定度。合成相对标准不确定度： $u_{crel} =$

$\sqrt{u_{rel1}^2 + u_{rel2}^2 + u_{rel3}^2 + u_{rel4}^2 + u_{rel5}^2 + u_{rel6}^2 + u_{rel7}^2} = 0.03579$
 合成标准不确定度： $u_c = u_{crel} \times w_{(Ni)} = 0.03579 \times 20.8 = 0.746$ 。

扩展不确定度是确定测量结果区间的量,合理赋予被测量之值的大部分可望含于此间,用以表示一定概率水平下被测量值的分散区间。对于检测实验室来说,一般在 95% 的置信水平下,扩展系数可取 2。扩展不确定度： $U = k \times u_c = 2 \times 0.746 = 1.5 \text{ mg/kg}$ ($k = 2$)。

1.7 测量不确定度报告

火焰原子吸收测定 GSW 07401 的报告形式为：
 $w_{(Ni)} = (20.8 \pm 1.5) \text{ mg/kg}$ ($k = 2$)。

2 讨论

2.1 误差与测量不确定度的比较

传统的测量误差是表明测量结果偏离真值,是一个确定的值,在数轴上表示为一个点。由于真值未知,往往无法得到测量误差的值,当用约定真值代替真值时,可以得到测量误差的估计值。测量误差一般分为系统误差和随机误差,其值为各误差分量的代数和,在测量过程的各步骤之间,正负误差可能会被抵消,存在一定的风险。

测量不确定度是表明测量之值的分散性,是一个区间,可以由人们根据实验、资料、经验等信息进行评定,能够反映出实验室的测量条件、人员差异、认识水平以及置信水平等对测量结果的影响。测量不确定度取代传统的测量误差理论会产生具有革命性的变化,其在土壤检测中的应用,对提高土壤数据质量,促进国际交流以及推进土壤科学的进步必将发挥重要的作用。

2.2 不确定度评定过程的一些注意点

测量不确定度分量的识别,应遵循既不重复又不遗漏的原则。如本例中,标准曲线拟合测定溶液产生的不确定度,已经包括了仪器测量溶液浓度过程中所有的随机效应引起的误差,如再评定测定的重复性、

仪器分辨率等,显然重复多余了。

在 B 类不确定度的评定中,需要对输入量(a)的分布情况的估计。土壤分析的输入量中常见分布类型有均匀分布、三角分布、正态分布,其对应的包含因子(k)分别为 $\sqrt{3}$ 、 $\sqrt{6}$ 、3。因为 $u = a/k$,所以笔者认为,对于测量不确定度来说,输入量取均匀分布比取正态分布要保险得多。

测量结果报告中不确定度的有效位数一般取 1 ~ 2 位,为了使测量不确定度的报告在某种程度上更可靠些,往往采取只进不舍的方法来处理。测量结果的有效位数可以通过测量不确定度的有效位数和遵守末位对齐原则来确定。如本例中,火焰原子吸收测定 GSW 07401 含镍量的结果表达为： $(20.8 \pm 1.5) \text{ mg/kg}$ ($k = 2$)。

2.3 微小不确定度的应用

和所有不确定度的总影响相比是微不足道的某一些不确定度称之为微小不确定度。设有两个分量,其中较大的为 1,另一个为其三分之一(0.33),则合成不确定度为 $u_c = \sqrt{1^2 + 0.33^2} = 1.05$ 。若忽略 0.33,则合成不确定度 $u_c = 1$,两者相差 5%,即某一分量占最大的不确定度比例小于三分之一,则可忽略该分量。如本例中,各测量不确定度分量表,见表 2。在火焰原子吸收测定土壤镍含量的实验过程中,土壤消煮产生引入的测量不确定度最大,其次是标准曲线拟合测定消煮液的浓度过程引入的测量不确定度。土壤称样产生的、消煮液定容体积产生的以及因温度变化产生的相对不确定度均远小于土壤消煮产生的相对测量不确定度的,属于微小不确定度。将土壤消煮产生引入和标准曲线拟合测定消煮液的浓度的测量不确定度进行合成, $u_{crel} = \sqrt{0.031248^2 + 0.016952^2} = 0.0355$,
 $U = k \times (u_{crel} \times w_{Ni}) = 2 \times 0.0355 \times 20.8 = 1.5 \text{ mg/kg}$,与全部参加合成相比,最终不确定没有发生变化。因此在不确定度评定时完全没有必要在一些小分量的评定上花费太多精力。

表 2 测量不确定度分量表
 Table 2 Components of measurement uncertainty

测量确定度分量	评定方法	标准测量不确定度	相对测量不确定度
土壤称样产生	B 类评定	0.000 115	0.000 229
土壤消煮产生	B 类评定	0.606 2	0.031 248
消煮液定容体积产生	B 类评定	0.017 321	0.000 693
因温度变化产生	B 类评定	0.052 4	0.000 890 8
标准曲线母液产生	B 类评定	0.001 732	0.001 732
标准曲线稀释产生	B 类评定	0.085 9	0.003 7
标准曲线拟合测定溶液产生	A 类评定	0.007 12	0.016 952

3 结论

本文评定了火焰原子吸收测定土壤中镍含量的测量不确定度。以测定土壤标准样品(GSW 07401)中镍含量的过程为研究对象,讨论其测量不确定度来源并进行量化。该标准土壤样品镍含量为: (20.8 ± 1.5) mg/kg ($k=2$)。样品消解前处理产生的不确定度最大,标准曲线拟合测定溶液产生的不确定度其次。因此,在火焰原子吸收测定土壤样品时,前处理和标准曲线拟合测定溶液应给予足够重视,以减小测量不确定度。

致谢: 本文在撰写中得到了中国科学院南京土壤研究所刘光崧研究员的指导,在此表示感谢!

参考文献:

- [1] ISO. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement[S]. Geneva, 1995
- [2] 国家质量技术监督局. JJF 1059-1999 测量不确定评定与表示[M]. 北京: 中国计量出版社, 1999
- [3] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-CL07 测量不确定度的要求[M]. 北京: 中国计量出版社, 2011
- [4] 倪育才. 实用测量不确定度评定[M]. 3 版. 北京: 中国计量出版社, 2008: 7-35
- [5] 中国实验室国家认可委员会. 实验室认可与管理基础知识[M]. 北京: 中国计量出版社, 2003: 64-81
- [6] 李慎安, 王玉莲, 范巧成. 化学实验室测量不确定度[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 7-37
- [7] Carullo A, Vallan A. Measurement uncertainty issues in freeze-drying processes[J]. Measurement, 2012, 45(7): 1 706-1 712
- [8] Jarvis B, Hedges AJ, Corry JEL. The contribution of sampling uncertainty to total measurement uncertainty in the enumeration of microorganisms in foods[J]. Food Microbiology, 2012, 30(2): 362-371
- [9] Kwon SY, Lee S. Precise measurement of thermal conductivity of liquid over a wide temperature range using a transient hot-wire technique by uncertainty analysis[J]. Thermochimica Acta, 2012, 542: 18-23
- [10] 李敏毅, 吴胜举. 超声换能器辐射电导测量不确定度分析[J]. 压电与声光, 2012, 34(1): 76-80
- [11] 刘巧珍, 陈孝仙. 液晶显示模块亮度的测量不确定度的评定[J]. 光电子技术, 2012, 32(1): 59-61
- [12] 位恒政, 王为农, 裴丽梅, 任国营. 弹性压缩变形对步距规测量不确定度的影响[J]. 仪器仪表学报, 2012, 33(3): 631-636
- [13] 王如海. 土壤化学分析中的测量不确定度研究(硕士学位论文)[D]. 南京: 南京林业大学, 2011
- [14] Alves S, Santos MMCD, Trancoso MA. Evaluation of measurement uncertainties for the determination of total metal content in soils by atomic absorption spectrometry[J]. Accreditation and Quality Assurance, 2009. 14(2): 87-93
- [15] Saari E, Peramaki P, Jalonen J. Measurement uncertainty in the determination of total petroleum hydrocarbons (TPH) in soil by GC-FID[J]. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2008. 92(1): 3-12
- [16] 陈素兰, 池靖, 陈波, 蔡熹. X 射线荧光光谱法测定土壤样品中铅的不确定度评定[J]. 中国环境监测, 2008, 24(6): 43-47
- [17] 丁峰元, 朱茜, 李景文, 孙晓萍, 贾会, 张书伟. ICP-AES 测定土壤中钡、铬和锰含量的不确定度评定[J]. 光谱实验室, 2010, 27(2): 583-587
- [18] 简红霞, 刘梯楼. HG-AFS 法测定土壤样中硒的不确定度评定[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(7): 4 217-4 219
- [19] 刘红艳, 周燕, 王铁夫, 李予晋. ICP-MS 法测土壤样品中铜铅的不确定度评定[J]. 光谱学与光谱分析, 2011, 31(4): 1 115-1 118
- [20] 刘婷琳, 张浩原, 黄赛花. 姜黄素分光光度法测定土壤有效硼的不确定度评定[J]. 生态环境学报, 2009, 18(3): 1 118-1 121
- [21] 鲁言波, 蔡明招, 洪榕. 用波长色散 X 射线荧光光谱测定土壤中铬的不确定度[J]. 中国环境监测, 2009, 25(3): 48-50
- [22] 沙艳梅. 等离子体发射光谱法测定土壤和沉积物中 6 个常量元素结果不确定度评定[J]. 岩矿测试, 2009, 28(5): 474-478
- [23] 沈荣蓉, 陈志翔, 沙悦韬. 火焰原子吸收分光光度法测定土壤中铜元素的不确定度分析[J]. 化学世界, 2008, 49(2): 90-92
- [24] 邢雁, 李勇泽, 赵玮. 原子吸收光谱法测定土壤中有效铜和锌的不确定度评估[J]. 光谱实验室, 2012, 29(2): 1 164-1 167
- [25] 国家质量技术监督局. 土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法(GB/T 17139-1997)[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 1997
- [26] 国家质量监督检验检疫总局. 常用玻璃量器检定规程(JJG 196-2006)[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006

Evaluation of Measurement Uncertainty in Determining Ni in Soil by Flame Atomic Absorption Spectrometry

WANG Ru-hai^{1,2}, JIANG Qian², ZHU Xiao-fang^{1,3}, WANG Xi^{1,2}, QIAN Wei²,
GONG Hua², NI Jun², HAN Yong^{2*}, YU Yuan-chun^{1*}

(1 *College of Forest Resources and Environment, Nanjing Forestry University, Nanjing 210037, China*; 2 *State Key Laboratory of Soil and Sustainable Agriculture (Institute of Soil Science, Chinese Academy of Sciences), Nanjing 210008, China*; 3 *Nanjing Institute of Supervision & Testing on Product Quality, Nanjing 210028, China*)

Abstract: Taking the measurement process of Ni content in standard soil samples (GSW 07401) as the measurement object, the uncertainty was estimated in this paper for determining Ni in soil by using flame atomic absorption spectrometry. The uncertainty generated by pre-treatment sample digestion was largest, followed by the standard curve fitting to determine the solution uncertainty. Thus, adequate attentions should be given to the pre-treatment and the standard curve fitting to determine the solution in order to reduce the measurement uncertainty.

Key words: Flame atomic absorption spectrometry, Soil, Ni, Measurement uncertainty