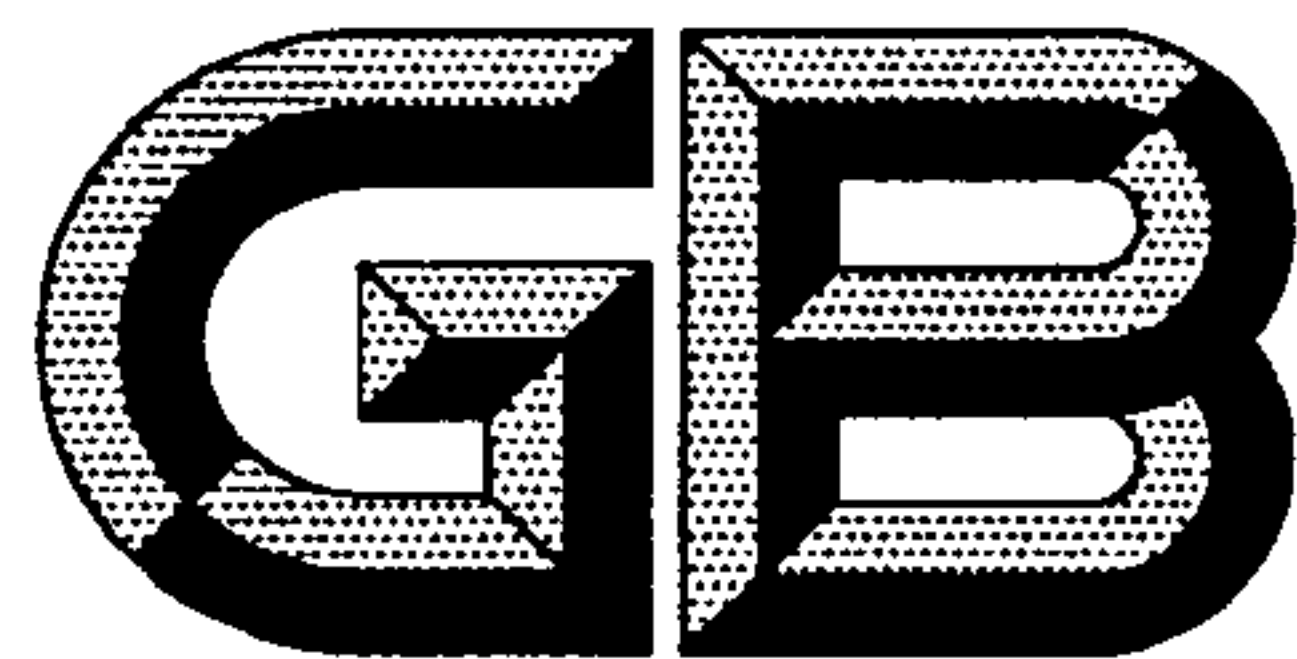




中华人民共和国国家标准

GB/T 22105.3—2008

土壤质量 总汞、总砷、总铅的 测定 原子荧光法 第3部分：土壤中总铅的测定

Soil quality—Analysis of total mercury, arsenic and lead contents—
Atomic fluorescence spectrometry—
Part 3: Analysis of total lead contents in soils

2008-06-27 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 22105《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法》分为三个部分：

——第1部分：土壤中总汞的测定；

——第2部分：土壤中总砷的测定；

——第3部分：土壤中总铅的测定。

本部分为 GB/T 22105 的第3部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位：农业部环境保护科研监测所。

本部分主要起草人：刘凤枝、刘岩、蔡彦明、刘铭、徐亚平、战新华、刘传娟。

土壤质量 总汞、总砷、总铅的 测定 原子荧光法

第3部分：土壤中总铅的测定

1 范围

GB/T 22105 的本部分规定了土壤中总铅的原子荧光光谱测定方法。

本部分适用于土壤中总铅的测定。

本部分方法检出限为 0.06 mg/kg。

2 原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸全消解的方法，消解后的样品中铅与还原剂硼氢化钾反应生成挥发性铅的氢化物(PbH_4)。以氩气为载体，将氢化物导入电热石英原子化器中进行原子化。在特制铅空心阴极灯照射下，基态铅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，其荧光强度与铅的含量成正比，最后根据标准系列进行定量计算。

3 试剂

本部分所使用的试剂除另有说明外，均为分析纯试剂，试验用水为去离子水。

- 3.1 盐酸(HCl): $\rho=1.19\text{ g/mL}$, 优级纯。
- 3.2 硝酸(HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/mL}$, 优级纯。
- 3.3 氢氟酸(HF): $\rho=1.49\text{ g/mL}$, 优级纯。
- 3.4 高氯酸(HClO_4): $\rho=1.68\text{ g/mL}$, 优级纯。
- 3.5 氢氧化钾(KOH): 优级纯。
- 3.6 硼氢化钾(KBH_4): 优级纯。
- 3.7 铁氰化钾($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$): 优级纯。
- 3.8 盐酸溶液(1+1): 取一定体积的盐酸(3.1), 加入同体积的水配制。
- 3.9 盐酸溶液(1+66): 量取 1.5 mL 盐酸(3.1), 加水定容至 100 mL, 混匀。
- 3.10 硝酸溶液(1+1): 取一定体积的硝酸(3.2), 加入同体积的水配制。
- 3.11 草酸溶液(100 g/L): 称取 10 g 草酸, 加水溶解, 定容至 100 mL。
- 3.12 铁氰化钾溶液(100 g/L): 称取 10 g 铁氰化钾(3.7), 加水溶解, 定容至 100 mL。
- 3.13 还原剂[2%硼氢化钾(KBH_4)+0.5%氢氧化钾(KOH)溶液]: 称取 0.5 g 氢氧化钾(3.5)放入烧杯中, 用少量水溶解, 称取 2.0 g 硼氢化钾(3.6)放入氢氧化钾溶液中, 溶解后用水稀释至 100 mL, 此溶液现用现配。
- 3.14 载液: 取 3 mL 盐酸溶液(3.8)、2 mL 草酸溶液(3.11)、4 mL 铁氰化钾溶液(3.12)放入烧杯中, 用水稀释至 100 mL, 混匀。
- 3.15 铅标准贮备溶液: 称取 0.500 0 g 光谱纯金属铅, 分次少量加入(1+1)硝酸溶液(3.10), 必要时加热, 直至溶解完全。移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液铅的浓度为 1.00 mg/mL (有条件的单位可以到国家认可的部门直接购买标准贮备溶液)。
- 3.16 铅标准中间溶液: 吸取 10.00 mL 铅标准贮备液(3.15)注入 1 000 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液(3.9)稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液铅的浓度为 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.17 铅标准工作溶液:吸取 2.00 mL 铅标准中间溶液(3.16)注入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.9)稀释至刻度,摇匀。此标准溶液铅的浓度为 0.20 μg/mL。

4 仪器及设备

- 4.1 氢化物发生原子荧光光度计。
- 4.2 铅双阴极空心阴极灯。
- 4.3 电热板。

5 分析步骤

5.1 试液的制备

称取经风干、研磨并过 0.149 mm 孔径筛的土壤样品 0.2 g~1.0 g(精确至 0.000 2 g)于 25 mL 聚四氟乙烯坩埚中,用少许的水湿润样品,加入 5 mL 盐酸(3.1)、2 mL 硝酸(3.2)摇匀,盖上坩埚盖,浸泡过夜,然后置于电热板上加热消解,温度控制在 100℃左右,至残余酸量较少时(约 2 mL~3 mL),取下坩埚稍冷后加入 2 mL 氢氟酸(3.3),继续低温加热至残余酸液为 1 mL~2 mL 时取下,冷却后加入 2 mL~3 mL 高氯酸(3.4),将电热板温度升至约 200℃左右,继续消解至白烟冒净为止。加少许盐酸(3.1)淋洗坩埚壁,加热溶解残渣,将盐酸赶尽,加入 15 mL(1+1)盐酸溶液(3.8)于坩埚中,在电热板上低温加热,溶解至溶液清澈为止。取下冷却后转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后取 5 mL 溶液于 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 草酸溶液(3.11)、2 mL 铁氰化钾溶液(3.12),然后用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min 待测。同时做空白试验。

5.2 空白试验

采用与 5.1 相同的试剂和步骤,制备全程序空白溶液。每批样品至少制备 2 个以上空白溶液。

5.3 校准曲线

分别准确吸取 0.00,1.00,2.00,3.00,5.00,7.50,10.00 mL 铅标准工作液(3.17)置于 7 个 50 mL 容量瓶中。用少量水稀释后,加 1.5mL 盐酸溶液(3.8)、2 mL 草酸溶液(3.11)、2 mL 铁氰化钾溶液(3.12),最后用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列相当于铅的浓度分别为 0.00,4.00,8.00,12.0,20.0,30.0,40.0 ng/mL,适用于一般样品的测定。

5.4 仪器参考条件

不同型号仪器的最佳参数不同,可根据仪器使用说明书自行选择。表 1 列出了本部分通常采用的参数。

表 1 仪器参数

负高压/V	280	加热温度/℃	200
A 道灯电流/mA	80	载气流量/(mL/min)	400
B 道灯电流/mA	0	屏蔽气流量/(mL/min)	1 000
观测高度/mm	8	测量方法	校准曲线
读数方式	峰面积	读数时间/s	10
延迟时间/s	1	测量重复次数	2

5.5 测定

将仪器调至最佳工作条件,在还原剂(3.13)和载液(3.14)的带动下,测定标准系列各点的荧光强度(校准曲线是减去标准空白后的荧光强度对浓度绘制的),然后依次测定样品空白、试样的荧光强度。

6 结果表示

土壤样品总铅含量 w 以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(c - c_0) \times V_2 \times V_{\text{总}} / V_1}{m \times (1 - f) \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——从校准曲线上查得元素含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c_0 ——试剂空白溶液测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_2 ——测定时分取样品溶液稀释定容体积,单位为毫升(mL);

$V_{\text{总}}$ ——样品消解后定容总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定时分取样品消化液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

f ——土壤含水量;

1 000——将“ng”换算为“μg”的系数。

重复试验结果以算术平均值表示,保留三位有效数字。

7 精密度和准确度

按照本部分测定土壤中总铅,其相对误差的绝对值不得超过 5%。在重复条件下,获得的两次独立测定结果的相对偏差不得超过 5%。

8 注释

8.1 GB/T 22105 的本部分对测定溶液中盐酸的浓度要求比较严格,所以样品消解至赶酸时,应特别注意务必将酸赶尽,然后再准确加入 15 mL(1+1)盐酸溶液(3.8),低温加热溶解完全。取下冷却后转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后取 5 mL 溶液于 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 草酸溶液(3.11),加入 2 mL 铁氰化钾溶液(3.12),然后用水稀释至刻度,摇匀。这一步是为确保待测溶液的盐酸浓度在 0.18 mol/L~0.24 mol/L 的范围内。同样,标准系列的盐酸浓度也应控制在 0.18 mol/L~0.24 mol/L 的范围内。

8.2 制备好的样品试液应放置 30 min 后再测定,以确保试液中的二价铅全部被氧化为四价铅,标准系列也同样放置 30 min 后测定。