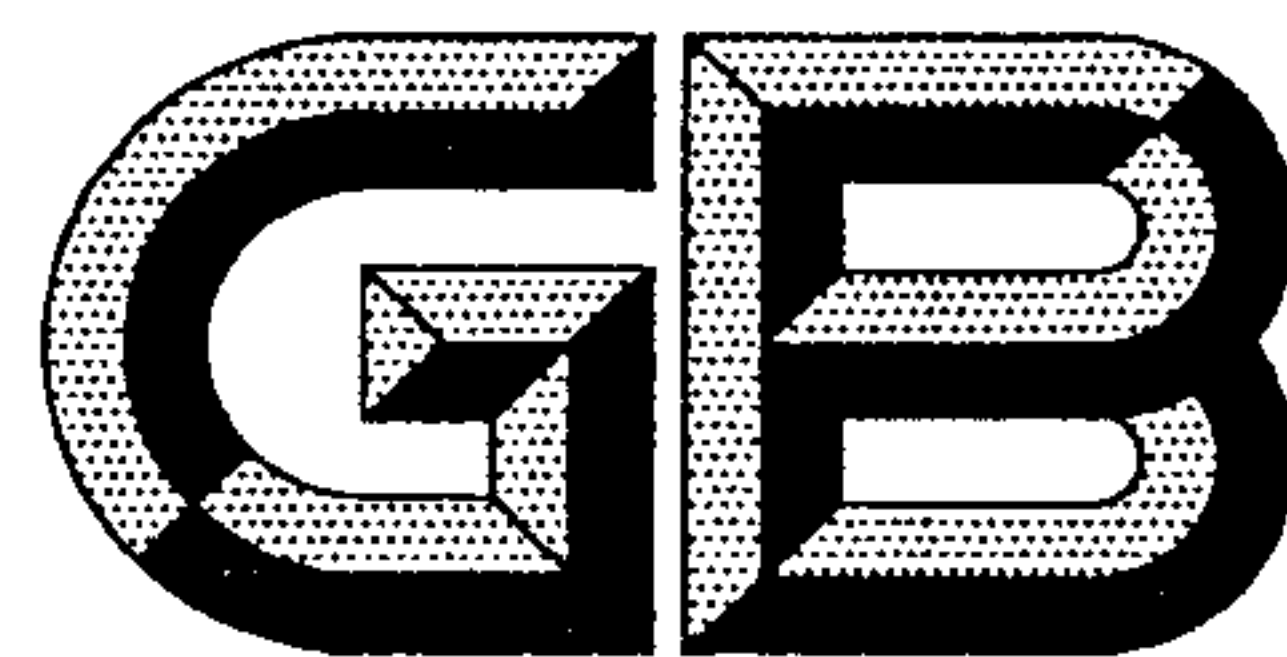




中华人民共和国国家标准

GB/T 22105.2—2008

土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法

第2部分：土壤中总砷的测定

Soil quality—Analysis of total mercury, arsenic and lead contents—
Atomic fluorescence spectrometry—
Part 2: Analysis of total arsenic 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2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2部分：土壤中总砷的测定

1 范围

GB/T 22105 的本部分规定了土壤中总砷的原子荧光光谱测定方法。

本部分适用于土壤中总砷的测定。

本部分方法检出限为 0.01 mg/kg。

2 原理

样品中的砷经加热消解后,加入硫脲使五价砷还原为三价砷,再加入硼氢化钾将其还原为砷化氢,由氩气导入石英原子化器进行原子化分解为原子态砷,在特制砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,产生的荧光强度与试样中被测元素含量成正比,与标准系列比较,求得样品中砷的含量。

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): $\rho=1.19$ g/mL,优级纯。

3.2 硝酸(HNO₃): $\rho=1.42$ g/mL,优级纯。

3.3 氢氧化钾(KOH):优级纯。

3.4 硼氢化钾(KBH₄):优级纯。

3.5 硫脲(H₂NCSNH₂):分析纯。

3.6 抗坏血酸(C₆H₈O₆):分析纯。

3.7 三氧化二砷(As₂O₃):优级纯。

3.8 (1+1)王水:取 1 份硝酸(3.2)和 3 份盐酸(3.1)混合均匀,然后用水稀释一倍。

3.9 还原剂[1%硼氢化钾(KBH₄)+0.2%氢氧化钾(KOH)溶液]:称取 0.2 g 氢氧化钾(3.3)放入烧杯中,用少量水溶解,称取 1.0 g 硼氢化钾(3.4)放入氢氧化钾溶液中,溶解后用水稀释至 100 mL,此溶液用时现配。

3.10 载液[(1+9)盐酸溶液]:量取 50 mL 盐酸(3.1),加水定容至 500 mL,混匀。

3.11 硫脲溶液(5%):称取 10 g 硫脲(3.5),溶解于 200 mL 水中,摇匀。用时现配。

3.12 抗坏血酸(5%):称取 10 g 抗坏血酸(3.6),溶解于 200 mL 水中,摇匀。用时现配。

3.13 砷标准贮备液:称取 0.660 0 g 三氧化二砷(3.7)(在 105 °C 烘 2 h)于烧杯中,加入 10 mL 10%氢氧化钠溶液,加热溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液砷浓度为 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)。

3.14 砷标准中间溶液:吸取 10.00 mL 砷标准贮备液(3.13)注入 100 mL 容量瓶中,用(1+9)盐酸溶液(3.10)稀释至刻度,摇匀。此溶液砷浓度为 100 μ g/mL。

3.15 砷标准工作溶液:吸取 1.00 mL 砷标准中间溶液(3.14)注入 100 mL 容量瓶中,用(1+9)盐酸溶液(3.10)稀释至刻度,摇匀。此溶液砷浓度为 1.00 μ g/mL。

4 仪器及设备

4.1 氢化物发生原子荧光光度计。

- 4.2 砷空心阴极灯。
- 4.3 水浴锅。

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 50 mL 具塞比色管中,加少许水润湿样品,加入 10 mL(1+1)王水(3.8),加塞摇匀于沸水浴中消解 2 h,中间摇动几次,取下冷却,用水稀释至刻度,摇匀后放置。吸取一定量的消解试液于 50 mL 比色管中,加 3 mL 盐酸(3.1)、5 mL 硫脲溶液(3.11)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.12),用水稀释至刻度,摇匀放置,取上清液待测。同时做空白试验。

5.2 空白试验

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

5.3 校准曲线

分别准确吸取 0.00,0.50,1.00,1.50,2.00,3.00 mL 砷标准工作溶液(3.15)置于 6 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸(3.1)、5 mL 硫脲溶液(3.11)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.12),然后用水稀释至刻度,摇匀,即得含砷量分别为 0.00,10.0,20.0,30.0,40.0,60.0 ng/mL 的标准系列溶液。此标准系列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	300	加热温度/℃	200
A 道灯电流/mA	0	载气流量/(mL/min)	400
B 道灯电流/mA	60	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

将仪器调节至最佳工作条件,在还原剂(3.9)和载液(3.10)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荧光强度对浓度绘制的校准曲线),然后依次测定样品空白、试样的荧光强度。

6 结果表示

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

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

式中:

- c ——从校准曲线上查得砷元素含量,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);
- $V_{总}$ ——样品消解后定容总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——测定时分取样品消解液体积,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砷,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 7%。
