

ICS 65.020.20  
B 05

DB14

山西省地方标准

DB 14/T 926—2014

土壤中总砷的快速测定方法

2014 - 12 - 30 发布

2015 - 01 - 30 实施

山西省质量技术监督局 发布



目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 原理..... 1

4 试剂..... 1

5 仪器..... 2

6 土样制备..... 2

7 试液制备..... 2

8 测定方法..... 3

9 结果计算..... 3

10 注意事项..... 3

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规划起草。

本标准由山西农业科学院提出并归口。

本标准主要起草单位：山西省农业科学院农业环境与资源研究所、山西益田农业科技有限公司。

本标准主要起草人：程滨、赵瑞芬、滑小赞、霍晓兰、赵秀峰、王玮。

# 土壤中总砷的快速测定方法

## 1 范围

本标准规定了土壤中总砷的快速测定方法—砷斑法的原理、试剂、仪器、土样制备、试液制备、测定方法、结果计算及注意事项。

本标准采用土壤中总砷的快速检测方法—砷斑法，适用于土壤中总砷含量大于 5 mg/kg 样品。

## 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 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 14539.2 复混肥料中砷的测定方法

GB/T 22105.2 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

## 3 原理

在酸性条件下，用碘化钾、氯化亚锡将五价砷还原成三价砷，再利用锌和酸作用，产生原子态氢，将三价砷还原为砷化氢，与溴化汞试纸反应，生成黄色、棕色至褐色的砷斑，与标准砷斑比较定量。

## 4 试剂

4.1 试剂 A：盐酸（HCl）： $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2 （1+9）盐酸溶液：量取 50 mL 盐酸（4.1），加水定容至 500 mL，混匀。

4.3 试剂 B：碘化钾（优级纯）。

4.4 试剂 C：40 % 的酸性氯化亚锡（优级纯）溶液，称取 40 g  $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，用 12.5 mL 浓盐酸（4.1）溶解，用水稀释至 100 mL，并加入 2 颗锡粒。

4.5 试剂 D：60 目无砷锌粉

4.6 5%的溴化汞乙醇溶液：准确称取 5 g 溴化汞（优级纯）加 100 mL 无水乙醇（分析纯）配制成 5% 的溴化汞乙醇溶液，将配制好的溶液置于棕色瓶中保存。

4.7 溴化汞试纸制备：用直径为 2 cm 的打孔器将定量滤纸裁成圆形，在溴化汞乙醇溶液（4.6）中浸泡 1 h，用镊子取出置于阴暗处晾干，于棕色瓶中保存备用。

4.8 砷标准贮备液：1000 mg/L 砷单元素溶液标准物质。

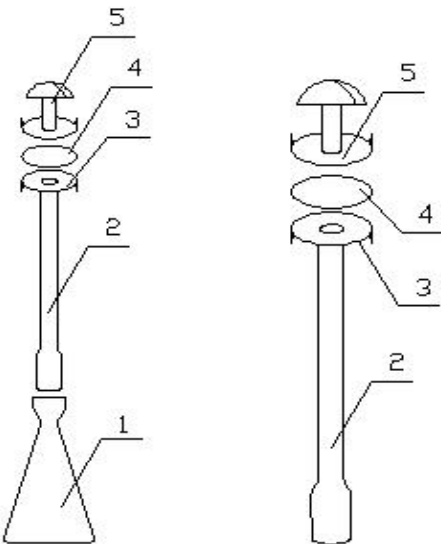
4.9 砷标准中间液：吸取 10.00 mL 砷标准贮备液（4.8）于 100 mL 容量瓶中，用（1+9）盐酸溶液（4.2）稀释至刻度，摇匀。此溶液砷浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.10 砷标准使用液：吸取 1.00 mL 砷标准中间液（4.9）于 100 mL 容量瓶中，用（1+9）盐酸溶液（4.2）稀释至刻度，摇匀。此溶液砷浓度为 1.00  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.11 纯水：电导率 $<1\text{ }\mu\text{S/cm}$ ，每个样品用量约 50 mL。

5 仪器

- 5.1 天平：感量为 0.01 g
- 5.2 水浴锅
- 5.3 测砷装置  
见图 1。



说明：

- 1—锥形瓶：150 mL 磨砂口锥形瓶；
- 2—玻璃测砷管：全长 16 cm ， 上细下粗，近下端 3cm 为磨砂口；
- 3—测砷管管口：测砷管上端为圆形扁平的管口，下面两侧各有一钩，为固定玻璃帽用；
- 4—溴化汞试纸；
- 5—玻璃帽：上面有弯月形凹槽，中央有圆孔，直径 6.5 mm，使用时将玻璃帽盖在测砷管的管口，使圆孔互相吻合，中间夹一溴化汞试纸，光面向下，用橡皮圈或其它适宜的方法将玻璃帽与测砷管固定。

图 1 测砷装置

6 土样制备

采集500 g 左右的土壤样品，混匀后用四分法缩分至约100 g。缩分后的土样经风干后，除去土壤中侵入物，用木棒（或塑料棒）研压，通过2 mm尼龙筛，混匀，用玛瑙研钵研磨至全部通过100目（孔径 0.149 mm）尼龙筛，备用。

7 试液制备

称取制备好的样品0.50 g（精确到0.01 g）于50 mL比色管中，用少量水湿润，加入10 mL试剂A，加塞摇匀于沸水浴中消解1 h，中间摇动2次，冷却后加水至刻度，摇匀即为待测试液。

## 8 测定方法

### 8.1 标准色阶制备

分别吸取砷标准使用液（4.10）0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL（相当0 μg、0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg、4.0 μg 砷）于砷反应瓶中，各加7 mL试剂A、1 g试剂B、5滴试剂C、10 mL去离子水，在各反应瓶中加入1 g试剂D，立即塞上预先装有溴化汞试纸片的测砷管。摇动反应瓶使其充分混合，反应30 min，制备标准砷斑系列。

### 8.2 样品测定

准确吸取10 mL待测试液于砷反应瓶中，加5 mL试剂A、1 g试剂B、5滴试剂C、8 mL去离子水，在反应瓶中加入1 g试剂D，立即塞上预先装有溴化汞试纸的测砷管。摇动反应瓶使其充分混合，反应30 min。同时做平行。将试液砷斑颜色与标准液砷斑系列比对，求出试液中砷含量。

## 9 结果计算

试样中砷的含量按照公式（1）进行计算。

$$X = \frac{A \times 5 \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X— 试样中砷的含量（mg/kg）；

A—测定试样消化液中砷的质量（μg）；

5— 分取倍数；

m— 试样质量（g）；

测定结果相对偏差小于20%，取平均值，保留两位有效数字。

## 10 注意事项

10.1 使用前要检查仪器的气密性。

10.2 同一批测定用的溴化汞试纸的纸质必须一致。制作时应避免手接触到纸，晾干存于棕色瓶中。

10.3 试纸保质期为1年。