

**DB**

**四 川 省 地 方 标 准**

DB51/T 836—2008

---

**土壤中总汞、总砷  
的测定——原子荧光光谱法**

Determination of total hydrargyrum

and total arsenic in soil atomic fluorescence spectrometry

2008-6-6 发布

2008-9-1 实施

---

**四川省质量技术监督局**

**发 布**



目 次

前 言..... II

1 范围.....1

2 规范性引用文件.....1

3 术语和定义.....2

4 要求.....2

5 试验方法.....6

6 检验规则.....8

## 前 言

本标准由四川省农业厅提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准由四川省农业环境保护监测站负责起草。

本标准主要起草人：郭敏、杨德芬、宋文琪、杨远、周南华、黄峥嵘。

本标准首次发布。

# 土壤中总汞、总砷的测定——原子荧光光谱法

## 1 范围

本标准规定了用原子荧光光谱法测定土壤中总汞、总砷的方法。

本标准适用于土壤中总汞、总砷的测定。

本标准检出限和定量测定范围：若称取0.5g试样，消解定容至25.00mL，进样量为1.0 mL，本标准的最低检出质量浓度汞为0.006mg/kg、砷为0.053mg/kg。定量测定范围汞为0.006 mg/kg~0.227mg/kg，砷为2.5 mg/kg~33.5mg/kg。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T6682 分析实验用水规格和实验方法

NY/T395 农田土壤环境监测技术规范

## 3 试验方法

### 3.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和 GB/T6682 中规定的二级水；所述溶液如未指明溶剂均系水溶液。

### 3.2 试剂和材料

3.2.1.1 氢氧化钾（KOH）：优级纯；

3.2.1.2 硼氢化钾（KBH<sub>4</sub>）：优级纯；

3.2.1.3 重铬酸钾（K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>）：优级纯；

3.2.1.4 氯化汞（HgCl<sub>2</sub>）：优级纯；

3.2.1.5 三氧化二砷（As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）：优级纯；

3.2.1.6 硝酸[ $\rho$ （HNO<sub>3</sub>）=1.42 g/mL]：优级纯；

3.2.1.7 盐酸[ $\rho$ （HCl）= 1.19g/mL]：优级纯；

3.2.1.8 硝酸—盐酸混合试剂：取一份硝酸与 3 份盐酸混合，再用去离子水稀释一倍；

3.2.1.9 盐酸溶液[ $\omega(\text{HCl}) = (5\%)$ ]；

3.2.1.10 盐酸溶液[ $\omega(\text{HCl}) = (10\%)$ ]；

3.2.1.11 硼氰化钾溶液[ $\rho(\text{KBH}_4) = 1 \text{ g/L}$ ]：称取 2.0g 氢氧化钾溶于 800mL 水中，加入 1g 硼氰化钾并使之溶解，用水稀释至 1000mL，用时现配；

3.2.1.12 硼氰化钾溶液[ $\rho(\text{KBH}_4) = 10 \text{ g/L}$ ]：称取 2.5g 氢氧化钾溶于 800mL 水中，加入 10.0g 硼氰化钾并使之溶解，用水稀释至 1000mL，用时现配；

3.2.1.13 硫脲( $\text{H}_2\text{NCSNH}_2$ )—抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )混合溶液(50 g/L)：称取 5.0g 硫脲和 5.0g 抗坏血酸，溶解在 100mL 水中，用时现配；

3.2.1.14 保存液：称取 0.5 g 重铬酸钾，用少量水溶解，加硝酸 50 mL，用水稀释至 1000 mL，摇匀；

3.2.1.15 汞标准贮备液[ $\rho(\text{Hg}) = 100.0 \text{ mg/L}$ ]：称取经干燥处理的 0.1354g 氯化汞，用保存液(3.2.1.14)溶解后，转移至 1000 mL 容量瓶中，再用保存液稀释至刻度，摇匀；

3.2.1.16 汞标准中间液[ $\rho(\text{Hg}) = 1.00 \text{ mg/L}$ ]：吸取汞标准贮备液(3.2.1.15) 10.00mL 注入 1000mL 容量瓶中，用盐酸溶液(3.2.1.9)稀释至刻度，摇匀；

3.2.1.17 汞标准工作液[ $\rho(\text{Hg}) = 20.00 \mu\text{g/L}$ ]：吸取汞标准中间液(3.2.1.16) 20.00mL 注入 1000mL 容量瓶中，用盐酸溶液(3.2.1.9)稀释至刻度，摇匀；

3.2.1.18 砷标准贮备液[ $\rho(\text{As}) = 1.00 \text{ g/L}$ ]：称取三氧化二砷(105°C 烘 2 小时) 0.6600g 于烧杯中，加入 10%氢氧化钠溶液 10mL，加热溶解移入 500mL 容量瓶中，并用去离子水稀释至刻度；

3.2.1.19 砷标准中间溶液[ $\rho(\text{As}) = 100.0 \text{ mg/L}$ ]：吸取砷标准贮备液 10.00mL 注入 100mL 容量瓶中，用盐酸溶液(3.2.1.9)稀释至刻度，摇匀；

3.2.1.20 砷标准工作液[ $\rho(\text{As}) = 1.00 \text{ mg/L}$ ]：吸取砷标准中间溶液 1.00mL 注入 100mL 容量瓶中，用盐酸溶液(3.2.1.9)稀释至刻度，摇匀；

3.2.1.21 氩气：纯度不低于 99.9%。

### 3.3 仪器

原子荧光光度计，特制汞空心阴极灯、砷空心阴极灯。

注：所有玻璃仪器均应以硝酸(1+5)浸泡过夜，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净，置于烘箱 105°C 下烘 2 小时以上。

### 3.4 实验室样品制备

按 NY/T395 规定制备实验室样品。将采集的样品自然风干，混匀后用四分法缩分，经研磨全部通过

100 目尼龙筛，混匀后储于样品袋或样品瓶中备用。

### 3.5 试样溶液的制备

称取试样(3.4)0.5g(精确至0.0001g)于25mL具塞比色管中，加入硝酸—盐酸混合试剂(3.2.1.8)5.0mL，摇匀，于沸水中消解2小时，其间每隔15min摇动一次。取出冷却，用水稀释至刻度，摇匀后干过滤，滤液供汞、砷测定。

### 3.6 空白溶液的制备

除不加试样外，其它步骤同试样溶液的制备。

### 3.7 总汞的测定

#### 3.7.1 原理

试样经酸消解后，用硼氰化钾将样品中所含汞还原成元素汞，由氩气载入石英炉原子化器中，在特制汞空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在特定条件下与试液中的汞含量成正比，与标准系列比较定量。

#### 3.7.2 分析步骤

##### 3.7.2.1 仪器参数

不同型号仪器的最佳测试条件不同，可根据仪器使用说明书自行选择。

##### 3.7.2.2 标准曲线的绘制

准确移取汞标准工作液(3.2.1.17)0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00, 10.00mL于50mL容量瓶中，用5%的盐酸(3.2.1.9)溶液定容至刻度，混匀。该标准溶液汞浓度分别为0.00, 0.20, 0.40, 0.80, 1.20, 2.00, 4.00μg/L。待仪器稳定后，以5%盐酸(3.2.1.9)作载流，1g/L硼氰化钾溶液(3.2.1.11)作还原剂，按3.7.2.1的条件由低到高浓度顺次测定标准溶液的荧光强度，计算荧光强度与浓度关系的一元线性回归方程。

##### 3.7.2.3 样品测定

在测定标准系列溶液后，直接吸取试样分解后上清液(3.5)进行测定，测得荧光强度，带入标准系列的一元线性回归方程中求得试液中汞含量。同时做空白试验，样品以空白校零。

#### 3.7.3 分析结果的表述

样品中汞含量以质量分数 $W$ 计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示，按(1)计算：

$$W = \frac{c \times v}{m} \times \frac{1000}{1000 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$ ——试样分解液中汞质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

$v$ ——试样分解后的定容体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$m$ ——试样的质量，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$\frac{1000}{1000 \times 1000}$  ——将结果换算成毫克每千克的换算系数。

3.7.4 精密度

平行测定结果的相对相差应符合表 1 要求。

表 1 土壤中汞测定结果的允许标准差

汞含量 $\text{mg/kg}$	室内相对标准相差 %
$<0.1$	35
$0.1 \sim 0.4$	30
$>0.4$	25

3.8 总砷的测定

3.8.1 原理

试样经酸消解后，加入硫脲—抗坏血酸溶液使五价砷还原成三价砷，再用硼氰化钾将样品中所含砷还原成砷化氢，由氩气载入石英炉原子化器中，在特制砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在特定条件下与试液中的砷含量成正比，与标准系列比较定量。

3.8.2 分析步骤

3.8.2.1 仪器参数

不同型号仪器的最佳测试条件不同，可根据仪器使用说明书自行选择。

3.8.2.2 标准曲线的绘制

准确移取砷标准工作液（3.2.1.20）0.00，0.50，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00 $\text{mL}$ 于50 $\text{mL}$ 容量瓶中，加入5.00 $\text{mL}$ 硫脲—抗坏血酸混合溶液（3.5.2.6），用5%的盐酸溶液（3.2.1.9）定容至刻度，混匀。该标准溶液砷浓度分别为0.00，10.00，20.00，40.00，60.00，80.00，100.00 $\mu\text{g/L}$ 。待仪器稳定后，以10%盐酸作载流，10 $\text{g/L}$ 硼氰化钾溶液（3.2.1.12）作还原剂，按3.8.2.1的条件由低到高浓度顺次测定标准溶液的荧光强度，计算荧光强度与浓度关系的一元线性回归方程。

3.8.2.3 样品测定

在测定标准系列溶液后，吸取试样分解后上清液（3.5）5.00 $\text{mL}$ 于25 $\text{mL}$ 容量瓶中，加入2.50 $\text{mL}$ 硫脲—抗坏血酸混合溶液（3.2.1.13），用5%的盐酸溶液定容至刻度，混匀进行测定，测得荧光强度，带入标准系列的一元线性回归方程中求得试液中砷含量。同时做空白试验，样品以空白校零。

3.8.3 分析结果的表述

样品中砷含量以质量分数  $W$  计，数值以毫克每千克( $\text{mg/kg}$ )表示，按（2）计算：



$$W=\frac{c\times V_2\times V_{总}/V_1}{m}\times\frac{1000}{1000\times1000}\dots\dots\dots (2)$$

式中：

*c*——试样分解液中砷质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

*V<sub>总</sub>*——试样分解液的定容体积，单位为毫升（mL）；

*V<sub>1</sub>*——测定时分取样品消解液体积，单位为毫升（mL）；

*V<sub>2</sub>*——测定时分取样品溶液稀释定容体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试样的质量，单位为克（g）。

$\frac{1000}{1000\times1000}$ ——将结果换算成毫克每千克的换算系数。

3.8.4 精密度

平行测定结果的相对相差应符合表 4 要求。

表 2 土壤中砷测定结果的允许标准差

砷含量 mg/kg	标准相差 %
<10	20
10~20	15
>20	15