

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.11—2006

土壤检测 第11部分：土壤总砷的测定

Soil Testing
Part 11: Method for determination of soil total arsenic

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 11 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:全国农业技术推广服务中心、湖北省土壤肥料工作站、江苏省土壤肥料技术指导站、华中农业大学。

本部分主要起草人:任意、辛景树、田有国、鲁明星、王绪奎、贺立源、郑磊。

土 壤 检 测

第 11 部分:土壤总砷的测定

1 应用范围

本部分适用于各类土壤中总砷的测定。

2 方法提要

砷的酸性溶液在氢化物发生器中,与还原剂硼氢化钾发生氢化反应,生成砷化氢气体。用氩气作载气将砷化氢气体导入石英炉中进行原子化,受热的砷化氢解离成砷的气态原子。砷原子受到光源特征辐射线的照射而被激发产生原子荧光,荧光信号到达检测器变为电信号,经电子放大器放大后由读数装置读出结果。产生的荧光强度与试样中被测元素含量成正比,可以从校准曲线查得被测元素的含量。

土壤中大多数元素经分解后也能进入待测溶液中, Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cr^{6+} 、 Au^{3+} 、 Hg^{2+} 对测定有干扰,加入硫脲即可消除。

方法检出限为 $0.4 \mu\text{g/L}$ 。

3 仪器和设备

3.1 原子荧光光度计

3.2 砷双阴极空心阴极灯

4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

4.1 (1+1)王水溶液(优级纯)

现用现配。取 3 份浓盐酸(优级纯)与 1 份浓硝酸(优级纯)混合均匀,然后用水稀释一倍。

4.2 氢氧化钠溶液[$\rho(\text{NaOH}) = 100 \text{ g/L}$]

称取 10 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

4.3 氢氧化钾溶液[$\rho(\text{KOH}) = 1 \text{ g/L}$]

称取 0.1 g 氢氧化钾溶于 100 mL 水中。

4.4 硼氢化钾—氢氧化钾溶液

称取 1.5 g 硼氢化钾溶于 100 mL 氢氧化钾溶液(4.3)中。用时现配。

4.5 (1+1)盐酸溶液(优级纯)

4.6 硫脲—抗坏血酸溶液

称取 5 g 硫脲(优级纯, H_2NCSNH_2)、5 g 抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)溶于水中,稀释至 100 mL。用时现配。

4.7 (1+9)盐酸溶液(优级纯)

4.8 砷[$\rho(\text{As}) = 1.00 \text{ g/L}$]标准贮备溶液

称取 0.666 0 g 预先在 110°C 烘干 2 h 的三氧化二砷(As_2O_3 , 优级纯)于小烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2),加热溶解,无损移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液含砷(As) 1.00 g/L 。

临用时,取此溶液一定量,用(1+9)盐酸溶液(4.7)准确稀释成含砷(As)1.00 mg/L的标准工作溶液。

5 分析步骤

5.1 试液制备

称取通过 0.149 mm 筛孔的风干试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g)置于 50 mL 具塞比色管中,加数滴水湿润样品,加 10 mL(1+1)王水溶液(4.1),加塞后小心摇匀,在室温下放置过夜。于沸水浴中加热消解 2 h,其间摇动一次,取出冷却,加水定容。同时做空白试验。

5.2 样品测定

吸取 5.00 mL 清亮试液于 10 mL 比色管中,加 2.5 mL 硫脲—抗坏血酸溶液(4.6),充分摇匀,加 2 mL(1+1)盐酸溶液(4.5),加水至刻度,摇匀,放置 15 min。以(1+9)盐酸溶液(4.7)为载体、以硼氢化钾—氢氧化钾溶液(4.4)为还原剂,用氩气作载气,将样品吸入氢化物发生器中,将产生的砷化氢气体导入电热石英炉中进行原子化,将测得的荧光强度减去试剂空白的荧光强度后,从校准曲线上求出试液中砷的含量。

5.3 绘制校准曲线

分别吸取含砷(As)1.00 mg/L 的标准工作溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 于 50 mL 比色管中,加 10 mL(1+1)盐酸溶液(4.5),摇匀,加 12.5 mL 硫脲—抗坏血酸溶液(4.6),加水至刻度,充分摇匀,即为含砷(As)0.00 mg/L、0.01 mg/L、0.03 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.15 mg/L 的标准系列溶液。放置 15 min,与试样同条件测量样品的荧光强度。

6 结果计算

$$\omega(\text{As}) = \frac{\rho \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega(\text{As})$ ——土壤砷的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——从校准曲线查得砷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——测定体积单位为毫升(mL),本方法为 10 mL;

D ——分取倍数,本方法为 50/5;

m ——试样质量,单位为克(g)。

重复试验结果以算术平均值表示,保留两位小数。

7 精密度

表 1 重复试验结果允许相对标准偏差

样品含量范围,mg/kg	允许差(实验室内),%	允许差(实验室间),%
<10	20	30
10~20	15	25
>20	15	20

8 注意事项

- 1) 加入硫脲将 As^{5+} 还原成低价后才能有效地生成砷化氢。
- 2) 加入硫脲后应充分摇匀使其溶解。
- 3) 试样酸度不宜过大,一般在 $c(\text{HCl}) = 1.2 \text{ mol/L}$ 为宜。

- 4) 20多种常见元素的量在 100 mg/L 或大于 100 mg/L 时对此法不产生干扰,但 Ag、Au、Bi 分别不超过 5 mg/L、3 mg/L、20 mg/L。

国家标准出版社
北京
中国标准出版社
北京
中国标准出版社
北京

中国标准出版社
北京
中国标准出版社
北京
中国标准出版社
北京

中国标准出版社
北京
中国标准出版社
北京
中国标准出版社
北京

中国标准出版社
北京



NY/T 1121.11-2006 3