

DB45

广西壮族自治区地方标准

DB 45/T 1544—2017

土壤中镉、铅、铜、砷含量的快速测定 阳极溶出伏安法

Determination of cadmium, lead, copper, arsenic—In soil by anodic stripping
voltammetry

2017 - 05 - 25 发布

2017 - 06 - 25 实施

广西壮族自治区质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009、GB/T 20001.4—2015给出的规则起草。

本标准由广西壮族自治区产品质量检验研究院提出并归口。

本标准起草单位：广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西-东盟食品药品安全检验检测中心。

本标准主要起草人：李暄、温韬、段玉林、黄海、刘永强、张海殷、黄智玉、蒋才斌、黄韵霖、石敏、林云燕、容崎康、朱柏源、李可。

土壤中镉、铅、铜、砷含量的快速测定 阳极溶出伏安法

警告：试剂中的硝酸具有强腐蚀性，相关前处理操作应在通风橱内进行并注意保证个人安全。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了土壤中镉、铅、铜、砷含量的快速测定。

本标准适用于用阳极溶出伏安法测定土壤中镉、铅、铜、砷重金属的测定。

本标准称样量为0.5 g时，检出限为镉0.4 ug/kg、铅0.4 ug/kg、铜0.6 ug/kg、砷1 ug/kg。

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，仅所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 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 6682—2010 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样经微波消解处理后，采用玻碳电极为工作电极，Ag/AgCl电极为参比电极，铂电极为对电极，经过电沉积过程和溶出过程，在溶出时会获得溶出电流，溶出电流与被测金属的含量成正比，标准加入法定量。

4 试剂和材料

4.1 一般规定

4.1.1 除特殊规定外，本标准所用试剂均为分析纯，实验用水应符合GB/T 6682—2010中一级水的要求。

4.1.2 本标准中所用试剂和制品，除特殊规定外，均按GB/T 603的规定制备。

4.2 试剂

4.2.1 醋酸铵 ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)。

4.2.2 冰醋酸 (CH_3COOH)：优级纯。

4.2.3 氯化汞 (HgCl_2)：分析纯。

4.2.4 盐酸 (HCl)：优级纯。

4.2.5 盐酸 (1+1)：取 50 mL 盐酸慢慢加入 50 mL 水中。

4.2.6 过氧化氢 (H_2O_2)：含量为 30%，优级纯。

4.2.7 硝酸 (HNO₃)：优级纯。

4.2.8 氢氟酸 (HF)：优级纯。

4.2.9 标准溶液储备液 (1000 ug/L)：分别准确称取含量为 99.99% 金属镉、铅、铜、砷各 1.000 g，分次加盐酸 (1+1) 溶解，加 2 滴硝酸，移入 1 000 mL 容量瓶，加水至刻度，摇匀，其储备液浓度为 1 000 ug/L。

4.2.10 标准工作液 (100 ug/L)：取 10 mL 标准储备液置于 100 mL 容量瓶中，加入适量水，移取 1 mL 硝酸后用水定容至 100 mL。

4.2.11 醋酸—醋酸铵缓冲溶液 (1 mol/L)：称取 38.541 0 g 醋酸铵溶于 400 mL 水中，加入醋酸调节 pH 值至 5.0 后用水定容至 500 mL。

4.2.12 氯化汞溶液 (0.01 mol/L)：称取 13.576 0 g 氯化汞溶于适量水，用水定容至 500 mL。

5 仪器和设备

微波消解仪，电化学分析仪，酸度计、分析天平、电热板。

6 测定

6.1 试样处理

称取 0.2 g~1 g (精确至 0.000 1 g) 样品于微波消解罐中，加入硝酸 (4.2.7) 4 mL~5 mL，氢氟酸 (4.2.8) 1 mL~2 mL，再加入过氧化氢 (4.2.6) 1 mL~2 mL，旋紧盖子后置于微波消解仪中进行消解，待冷却至室温后，打开消解罐，于电热板上 (130℃ 左右) 赶酸至 1 mL 左右，用水洗涤消解罐 3~4 次，洗液合并于 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，取溶液 20 mL，加入 1 mL 醋酸—醋酸铵缓冲溶液和 1 mL 氯化汞溶液待用，同时做样品空白。

6.2 参考条件

6.2.1 消解参考条件

6.2.1.1 程序升温：10 min。

6.2.1.2 保持温度：180 ℃。

6.2.1.3 持续时间：10 min。

6.2.1.4 冷却时间：5 min。

6.2.2 仪器参考条件

6.2.2.1 电流倍率：0.5。

6.2.2.2 预电解时间：1.5 min。

6.2.2.3 富集时间：150 s。

6.2.2.4 解脱清洗时间：2 min。

6.3 标准工作曲线

将标准工作溶液 (4.2.6) 用水依次稀释为含待测金属为 0.5 ug/L、1.0 ug/L、2.0 ug/L、4.0 ug/L、6.0 ug/L、8.0 ug/L、10.0 ug/L 的标准测定溶液，依次取各浓度标准溶液 20 mL 后加入 1 mL 醋酸—醋酸铵缓冲溶液和 1 mL 氯化汞溶液，以浓度为纵坐标，以电流强度为横坐标绘制标准工作曲线，同时做标准空白。

6.4 试样的测定

取处理后的试样待测液根据实际稀释后上机测试，平行测定2次，取其平均值做为最终结果。

7 结果计算

结果按式（1）计算，计算结果保留小数点后两位：

$$w = \frac{(c - c_0) \times v \times 10^{-3} \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \times F \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W ——试样中金属的含量，单位为mg/kg；

C ——从标准工作曲线上查出的试样溶液中金属的浓度，单位为微克每升（ug/L）；

c_0 ——测得的样品空白浓度，单位为微克每升（ug/L）；

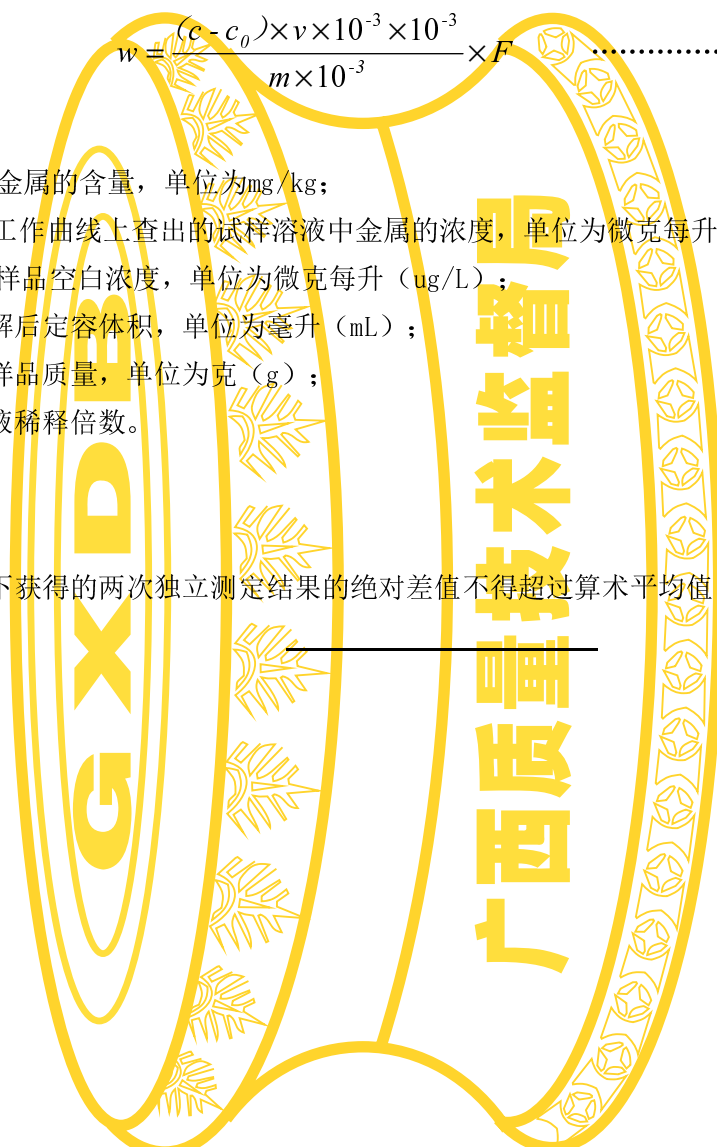
v ——样品消解后定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——称取的样品质量，单位为克（g）；

F ——样品溶液稀释倍数。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。



中华人民共和国广西地方标准

土壤中镉、铅、铜、砷含量的快速测定 阳极溶出伏安法

DB45/T 1544—2017

广西壮族自治区质量技术监督局统一印刷

版权专有 侵权必究