

土壤和沉积物 碲的测定 酸溶/原子荧光法

Soil and sediment — Determination of tellurium — Acid dissolution/atomic
fluorescence spectrometry

地方标准信息服务平台

2024 - 12 - 30 发布

2025 - 07 - 01 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 干扰和消除 1

6 试剂和材料 1

7 仪器和设备 2

8 样品 2

9 分析步骤 3

10 结果计算与表示 3

11 准确度 4

12 质量保证和质量控制 5

13 废物处理 5

14 注意事项 5

附录 A（资料性）方法的准确度 6

参考文献 7

地方标准信息服务平台

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江西省生态环境厅提出并归口。

本文件起草单位：江西省生态环境监测中心。

本文件主要起草人：龚娴、张吴、徐义邦、刘晶、刘忠马、刘燕红、万茜、余佳昊、高明、龙琳芳、罗珺、刘捡文、孙玉婷、江利。

地方标准信息服务平台

土壤和沉积物 砷的测定 酸溶/原子荧光法

1 范围

本文件规定了测定土壤和沉积物中砷的酸溶/原子荧光法。

本文件适用于土壤和沉积物中砷的测定。当土壤和沉积物取样量为0.2 g，定容体积为25 mL时，方法检出限为0.006 mg/kg，测定下限为0.024 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集储存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

采用硝酸-高氯酸-氢溴酸-氢氟酸消解体系，土壤和沉积物样品经电热板消解后，试液进入原子荧光光度计，在硼氢化钾溶液还原作用下，生成砷化氢气体。砷化氢在氩氢火焰中形成基态原子，在砷元素灯发射光的激发下产生原子荧光，原子荧光强度与试液中待测元素含量成正比。

5 干扰和消除

当采用双通道原子荧光光度计同时测定铋和砷时，会产生光谱干扰，可采用单通道依次测定的方法。

6 试剂和材料

6.1 除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂。实验用水为新制备的去离子水或同等纯度的水。

6.2 盐酸（HCl）： $\rho=1.19$ g/mL。

6.3 硝酸（HNO₃）： $\rho=1.42$ g/mL。

6.4 氢氟酸（HF）： $\rho=1.16$ g/mL。

- 6.5 高氯酸 (HClO_4): $\rho=1.67 \text{ g/mL}$ 。
- 6.6 氢溴酸 (HBr): $\rho=1.49 \text{ g/mL}$ 。
- 6.7 氢氧化钾 (KOH)。
- 6.8 硼氢化钾 (KBH_4)。
- 6.9 盐酸溶液 (5+95): 移取 25 mL 盐酸 (6.2), 用实验用水稀释至 500 mL, 摇匀。
- 6.10 硼氢化钾溶液: $\rho=10 \text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 氢氧化钾 (6.7) 于盛有 100 mL 实验用水的烧杯中, 玻璃棒搅拌待完全溶解后再加入 1.0 g 硼氢化钾 (6.8), 搅拌溶解。临用现配。
- 6.11 碲 (Te) 标准贮备液: $\rho=100.0 \text{ mg/L}$ 。购买市售有证标准物质。
- 6.12 碲 (Te) 标准中间液: $\rho=1.00 \text{ mg/L}$ 。移取碲 (Te) 标准贮备液 (6.11) 5.00 mL, 置于 500 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液 (5+95) (6.9) 定容至标线, 混匀。
- 6.13 碲 (Te) 标准使用液: $\rho=10.0 \mu\text{g/L}$ 。移取碲标准中间液 (6.12) 5.00 mL, 置于 500 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液 (5+95) (6.9) 定容至标线, 混匀。临用现配。

7 仪器和设备

- 7.1 原子荧光光度计。
- 7.2 光源: 碲元素灯。
- 7.3 电热板: 温控精度 $\pm 5^\circ\text{C}$, 温度 $\geq 200^\circ\text{C}$ 。
- 7.4 坩埚: 聚四氟乙烯材质, 50 mL。
- 7.5 分析天平: 分度值为 0.1 mg。
- 7.6 尼龙筛: 200 目和 10 目。
- 7.7 移液管: 5 mL。
- 7.8 一般实验室常用器皿和设备。

8 样品

8.1 样品采集和保存

土壤样品按照 HJ/T 166 的相关要求进行采集和保存; 沉积物样品按照 GB 17378.3 或 HJ 494 的相关要求进行采集和保存。

8.2 样品制备

除去样品中的异物 (枝棒、叶片、石子等), 分别按照 HJ/T 166 和 GB 17378.5 的相关要求制备土壤及沉积物样品。土壤样品一份用于测定干物质含量, 另一份用于制备试样。沉积物样品一份用于测定含水率, 另一份用于制备试样。

8.3 水分和干物质测定

土壤样品干物质含量的测定按照 HJ 613 执行, 沉积物样品含水率的测定按照 GB 17378.5 执行。

8.4 试样制备

称取 0.1 g~0.5 g (精确至 0.1 mg) 样品于坩埚 (7.4) 中, 加 2~3 滴水润湿, 加入 8 mL 硝酸 (6.3), 3 mL 高氯酸 (6.5), 置于通风橱内电热板上 90°C ~ 100°C 消解, 使样品初步分解。继续加入 3 mL 氢溴

酸（6.6），6 mL 氢氟酸（6.4），于 120℃~130℃消解至无明显颗粒。继续升温至 160℃~170℃，加热至冒白烟，待消解液蒸发至约 1 mL 时，加入 12 mL 盐酸（6.2），立刻搅匀，再加热片刻（30 s~60 s）。取下坩埚冷却至室温后，转移坩埚内消解液至 25 mL 容量瓶中，用少量水多次冲洗坩埚内壁，洗涤液一并转移入容量瓶中，用实验用水定容至标线，摇匀，静置，取上清液待测。

注：在满足本方法原理和质量控制要求前提下，经验证后可以使用石墨消解仪等其他消解方法。

8.5 空白试样制备

不称取样品，按照与试样制备（8.4）相同的步骤制备空白试样。

9 分析步骤

9.1 仪器测量条件

原子荧光光度计开机预热，按照仪器使用说明书设定灯电流、负高压、载气流量、屏蔽气流量等工作参数，参考测量条件见表 1。

表 1 原子荧光光度计的工作参数

元素名称	灯电流/mA	负高压/V	原子化器高度/mm	载气流量 /(mL/min)	屏蔽气流量 /(mL/min)
砷	80	270	8	400	800

9.2 工作曲线的绘制

分别移取砷标准使用液（6.13）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于一系列聚四氟乙烯坩埚中，按照试样制备（8.4）的步骤，制备工作曲线溶液，参考浓度为：0 μg/L、0.400 μg/L、0.800 μg/L、1.20 μg/L、1.60 μg/L、2.00 μg/L。参考仪器测量条件（9.1）或采用自行确定的最佳测量条件，以盐酸溶液（5+95）（6.9）为载流，硼氢化钾溶液（6.10）为还原剂，浓度由低到高依次测定其原子荧光强度，以原子荧光强度为纵坐标，砷的质量浓度为横坐标，绘制工作曲线。

9.3 样品测定

9.3.1 试样测定

按照与绘制工作曲线（9.2）相同的仪器测量条件（9.1）和操作步骤进行试样（8.4）的测定，若试样中砷的质量浓度超出标准曲线范围，用水适当稀释后重新测定。

9.3.2 空白试样测定

按照与试样测定相同的仪器测量条件（9.1）和操作步骤进行空白试样（8.5）的测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

10.1.1 土壤中砷的含量 m_1 （mg/kg），按照公式（1）进行计算：

$$W_1 = \frac{\rho_1 \times f_1 \times V_1}{m_1 \times W_{dm} \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- W_1 ——土壤中砷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- ρ_1 ——试样中砷的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- f_1 ——试样的稀释倍数；
- V_1 ——消解后试样的定容体积，单位为毫升（mL）；
- m_1 ——土壤样品的称样量，单位为克（g）；
- W_{dm} ——土壤样品的干物质含量，单位为%。

10.1.2 沉积物中砷的含量 W_2 （mg/kg），按照公式（2）进行计算：

$$W_2 = \frac{\rho_2 \times f_2 \times V_2}{m_2 \times (1 - W_{H_2O}) \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- W_2 ——沉积物中砷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- ρ_2 ——沉积物中砷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- f_2 ——试样的稀释倍数；
- V_2 ——消解后试样的定容体积，单位为毫升（mL）；
- m_2 ——沉积物样品的称样量，单位为克（g）；
- W_{H_2O} ——沉积物样品的含水率，单位为%。

10.2 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限保持一致，最多保留3位有效数字。

11 准确度

11.1 精密度

11.1.1 6家实验室分别对1个土壤实际样品和1个沉积物实际样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为2.6%~15.5%，5.5%~10.5%；实验室间相对标准偏差分别为2.6%，3.0%；重复性限分别为0.012 mg/kg，0.017 mg/kg；再现性限分别为0.012 mg/kg，0.017 mg/kg。

11.1.2 6家实验室分别对2个土壤标准物质（GSS-4和GSS-8）和1个沉积物标准物质（GSD-10）进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为3.8%~10.8%，2.3%~18.4%，2.4%~12.4%；实验室间相对标准偏差分别为9.9%，6.0%，7.2%；重复性限分别为0.043 mg/kg，0.014 mg/kg，0.017 mg/kg；再现性限分别为0.045 mg/kg，0.015 mg/kg，0.018 mg/kg。

11.1.3 精密度汇总表见附录A中表A.1。

11.2 正确度

11.2.1 6家实验室分别对2个土壤标准物质（GSS-4和GSS-8）和1种沉积物标准物质（GSD-10）进行了6次重复测定：相对误差分别为-10.6%~6.9%，-13.0%~4.4%，-12.0%~6.2%；相对误差测定均值分别为5.7%，4.4%，6.8%；相对误差最终值分别为 $5.7\% \pm 7.0\%$ ， $4.4\% \pm 9.0\%$ ， $6.8\% \pm 6.6\%$ 。

11.2.2 6家实验室对砷含量为0.041 mg/kg的土壤和0.078 mg/kg的沉积物实际样品进行加标分析测定，加标回收率分别为73.8%~102%和78.8%~105%；加标回收率的均值分别为85.3%和91.5%；加标回收率的最终值分别为 $85.3\% \pm 19.6\%$ 和 $91.5\% \pm 20.4\%$ 。

11.2.3 正确度汇总表见附录A中表A.2和表A.3。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品应至少测定2个空白试样（8.5），其测定值应低于方法检出限。

12.2 每次测定应绘制工作曲线，其相关系数应 ≥ 0.995 。

12.3 连续测定时，每20个样品或每批次（少于20个样品/批）测定结束后，应进行零浓度点和中间浓度点核查，零浓度点测定值应低于方法检出限，中间浓度点测定值与标准值的相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内。

12.4 每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应至少测定1个平行样，平行样测定值的相对偏差应在 $\pm 25\%$ 以内。

12.5 每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应同时测定1个有证标准样品，其测定值与标准值的相对误差应在 $\pm 25\%$ 以内；或每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应至少测定1个基体加标样品，加标回收率应在70%~120%。

13 废物处理

实验中产生的废物应集中收集，分类保存，并做好相应的标识，依法处置。

14 注意事项

14.1 硝酸、盐酸、高氯酸、氢氟酸和氢溴酸具有强腐蚀性，试样制备过程应在通风橱内进行，实验人员应注意佩戴防护器具。

14.2 实验所用的玻璃器皿均需用(1+1)硝酸溶液浸泡24h后，依次用自来水、实验用水洗净。

14.3 空白试样制备与试样制备的加酸量应保持一致，同时应注意各种酸的加入顺序。

附 录 A
(资料性)
方法的准确度

表 A. 1～表 A. 3 分别给出了砷测定方法的精密度和正确度。

表 A. 1 方法精密度汇总表

样品类型	含量/ (mg/kg)	实验室内相对标准偏差/%	实验室间相对标准偏差/%	重复性限/ (mg/kg)	再现性限/ (mg/kg)
标准样品	0. 160	3. 8～10. 8	9. 9	0. 043	0. 045
	0. 045	2. 3～18. 4	6. 0	0. 014	0. 015
	0. 080	2. 4～12. 4	7. 2	0. 017	0. 018
土壤实际样品	0. 041	2. 6～13. 5	2. 6	0. 012	0. 012
沉积物实际样品	0. 078	5. 5～10. 5	3. 0	0. 017	0. 017

表 A. 2 方法正确度（标准物质）汇总表

样品类型	含量/ (mg/kg)	相对误差/%	相对误差最终值/%
标准样品	0. 160	5. 7	5. 7±7. 0
	0. 045	4. 4	4. 4±9. 0
	0. 080	6. 8	6. 8±6. 6

表 A. 3 方法正确度（实际样品加标回收）汇总表

样品类型	加标量/ (mg/kg)	加标回收率/%	加标回收率最终值/%
土壤实际样品	0. 080～0. 100	73. 8～102	85. 3±19. 6
沉积物实际样品	0. 075～0. 080	78. 8～105	91. 5±20. 4

参 考 文 献

- [1] HJ 168 环境监测分析方法标准制订技术导则
-

地方标准信息服务平台