

F-HZ-DZ-TR-0135

土壤—砷的测定—氢化物发生原子吸收光谱法

1 范围

本方法适用于土壤中砷量的测定。

测定范围：质量分数为 2mg/kg~160mg/kg 砷。

2 原理

土壤经硝酸-硫酸消煮，消煮液中的砷与硼氢化钠（钾）反应，生成砷化氢气体，以氩气作载气导入电热石英炉中热解并原子化，用原子吸收光谱仪（附氢化物发生器）测定砷的含量。

3 试剂

3.1 硝酸 (ρ 1.42g/mL)，优级纯。

3.2 硫酸 (ρ 1.84g/mL)：[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{mol/L}$]，优级纯。

3.3 硼氢化钾溶液 $\rho(\text{KBH}_4)=8\text{g/L}$ ：称取 8g 硼氢化钾，置于预先放有 0.2g 氢氧化钠的水中，溶解后用水稀释至 1000mL，摇匀，用脱脂棉过滤备用。现用现配。

3.4 砷标准溶液

3.4.1 砷标准贮备溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ ，称取 0.1320g 预先在 105 $^\circ\text{C}$ 烘 2h 的高纯三氧化砷(As_2O_3)，溶解于 8mL 0.5mol/L 氢氧化钠溶液中，用硫酸 (1+1) 中和至微酸性，用水移入 1000mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μg 砷。

3.4.2 砷标准溶液：1.00 $\mu\text{g/mL}$ ，吸取 10.0mL 砷标准贮备溶液于 1000mL 容量瓶中，用 0.01mol/L 硫酸稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1.00 μg 砷。

4 仪器

原子吸收光谱仪（附氢化物发生器）。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤进行空白试验。

6.2 试样的测定

称取 0.50g 风干土样，精确至 0.0001g。放入聚四氟乙烯坩埚中，加 2 滴~3 滴水湿润试样。加 10mL 浓硝酸和 2mL 浓硫酸，摇匀，先低温（约 100 $^\circ\text{C}$ ）消煮近 1h，然后逐渐升温至约 250 $^\circ\text{C}$ （调压变压器控制），消煮至土壤变为灰白色。若样品没有完全变为灰白色，则再补加 5mL 浓硝酸，继续消煮，待作用完全硫酸冒三氧化硫白烟后，再蒸至近干，取下坩埚稍冷却。加 20mL 水煮沸，除去残余的硝酸，至产生白烟为止。如此处理两次。将坩埚内容物洗入 100mL 容量瓶中，用 0.01mol/L 硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤。

测定：开启原子吸收光谱仪，调节仪器各项参数至最佳工作状态，砷分析谱线波长为 193.7nm。移取 2.00mL~5.00mL 试液或仪器自动移取试样溶液置于氢化物反应器中，塞紧磨口塞，开启电磁阀自动加入定量硼氢化钾溶液，硼氢化钾流速为 1.2mL/s，仪器自动记录并打印已扣空白值的吸收峰值。

6.3 标准曲线的绘制：吸取 0、1.00、2.00、4.00、8.00mL 砷标准溶液(1.00 $\mu\text{g/mL}$)于 100mL 容量瓶中，用 0.01mol/L 硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。配制成 0、10.0、20.0、40.0、80.0ng/mL 砷标准系列溶液。以下按试样测定步骤进行测定。并绘制工作曲线。

7 结果计算

按下式计算砷的含量，以质量分数表示：

$$w_{As} = \frac{\rho \times V}{m \times k} \times 10^{-3}$$

式中：

w_{As} ——砷的质量分数，mg/kg；

ρ ——由标准曲线查得的待测液中砷的质量浓度，ng/mL；

V ——测定液体积，mL；

m ——试样质量，g；

k ——水分系数。

8 允许偏差

表 1 平行双样允许最大相对偏差^a

含量范围 mg/kg	允许最大相对偏差 %
<0.1	30
0.1~1	25
1~10	20
10~100	10
>100	5

^a引自《中国土壤元素背景值》。

9 参考文献

- [1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996，83.