



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

农产品产地土壤有效态砷的测定

Determination methods of bioavailable arsenic in the soils for agricultural products

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2023.09.22)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 方法原理	3
5 试剂和材料	3
6 仪器和设备	4
7 分析步骤	5
8 结果计算与表示	6
9 精密度和准确度	6
附 录 A (资 料 性) 氢化物发生原子荧光光度计参考工作条件	7

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会（SAC/TC404）归口。

本文件起草单位：中国科学院生态环境研究中心、广东省科学院生态环境与土壤研究所、中华全国供销合作总社天津再生资源研究所、河北农业大学、中国科学院南京土壤所、江苏省江苏省质量和标准化研究院、山东大学。

本文件主要起草人：段桂兰、王泽文、朱永官、李曼、袁雨珍、刘文菊、赵斌、李芳柏、段增强、陈美军、侯月丽、崔兆杰、杨雨萍、李曼、陈鹏、姚保民、金春晓、孙国新、方利平、杨浩瑜。

农产品产地土壤有效态砷的测定

1 范围

本文件描述了采用磷酸二氢铵溶液浸提-原子荧光法和稀硝酸溶液-原子荧光法浸提测定农产品产地土壤有效态砷的方法。

本文件中磷酸二氢铵溶液浸提-原子荧光法，适用于旱地土壤有效态砷含量的测定。

本文件中稀硝酸浸提-原子荧光法，适用于水田土壤有效态砷的测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

土壤有效态砷 **soil bioavailable arsenic**

土壤中能够作物吸收的砷，即在本文件规定的条件下土壤中能够被磷酸二氢铵溶液或稀硝酸溶液浸提出的砷。

4 方法原理

砷与磷属于同族元素，在土壤环境中具有相似的生物地球化学过程，在旱地条件下，土壤中的砷主要以砷酸根形态存在于土壤，因此，可以利用磷酸二氢铵溶液中的磷酸根置换土壤中的有效态砷。在淹水的稻田环境中砷主要以亚砷酸盐形态存在，亚砷酸盐在稀硝酸溶液中有较强的溶解性，因此，可以利用稀硝酸溶液浸提土壤中的有效态砷。提取液中的砷浓度用原子荧光法测定，计算得出土壤样品中的有效态砷含量。

5 试剂和材料

本文件所用试剂和水，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。

5.1 磷酸二氢铵 ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)

5.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)

5.3 氢氧化钾 (KOH)

5.4 硼氢化钾 (KBH_4)

5.5 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)

5.6 硫脲 (H_2NCSNH_2)

5.7 三氧化二砷 (As_2O_3)

5.8 磷酸二氢铵浸提剂 [$c(\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4)=0.05$ mol/L]:

称取5.75 g 磷酸二氢铵 (5.1) 溶于800 mL 水中, 溶解后转移至1000 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。

5.9 稀硝酸浸提剂 [$c(\text{HNO}_3)=0.43$ mol/L]:

取30 mL 硝酸 (5.2) 缓慢倒入到100 mL 水中, 转移至1000 mL 容量瓶中定容至刻度, 摇匀。

5.10 还原剂[2%硼氢化钾 (KBH_4) +0.35%氢氧化钾 (KOH) 溶液]:

称取0.35 g 氢氧化钾 (5.3) 放入烧杯中, 用少量水溶解, 称取2.00 g 硼氢化钾 (5.4) 放入氢氧化钾溶液中, 溶解后转移至100 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。用时现配。

5.11 载流[(1+9) 盐酸溶液]:

取100 mL 盐酸 (5.5) 缓慢倒入到100 mL 水中, 转移至1000 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。

5.12 硫脲-盐酸溶液[1%硫脲+(1+9) 盐酸溶液]:

称取1.00 g 硫脲 (5.6), 溶解于100 mL (1+9) 盐酸溶液中 (5.11)。用时现配。

5.13 砷标准贮备溶液:

将三氧化二砷 (5.7) 于105℃烘干2 h, 称取0.6600 g 烘干的三氧化二砷于烧杯中, 加入10 mL 10% 氢氧化钠溶液, 加热至溶解, 冷却后转移至500 mL 容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。此溶液砷浓度为1.00 mg/mL (有条件的单位可以到国家认可的部门直接购买标准贮备溶液)。

5.14 砷标准中间溶液:

吸取10.00 mL 砷标准贮备溶液 (5.13) 注入100 mL 容量瓶中, 用(1+9) 盐酸溶液 (5.11) 稀释至刻度, 摇匀。此溶液砷浓度为100.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.15 砷标准工作溶液:

吸取1.00 mL 砷标准中间溶液 (5.14) 注入100 mL 容量瓶中, 用(1+9) 盐酸溶液 (5.11) 稀释至刻度, 摇匀。此溶液砷浓度为1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

6 仪器和设备

6.1 电子天平: 分度值为 0.01g。

- 6.2 电子天平：分度值为 0.0001g。
- 6.3 恒温往复式振荡器：振荡频率 180 ± 20 r/min，温度可控制在 $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.4 低速离心机：离心速率 <10000 rpm/min。
- 6.5 氢化物发生原子荧光光度计。

7 分析步骤

7.1 磷酸二氢铵浸提-原子荧光法

7.1.1 有效态砷浸提

称取待测土壤（过 2 mm 筛孔的风干土壤）1.00 g 置于 50 mL 离心管中，加入磷酸二氢铵浸提剂（5.8）25.00 mL，在 $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 条件下，振荡 16 h [振荡频率 (180 ± 20) r/min]。4500×g 离心 5 min，立即用 0.45 μm 滤膜过滤。空白实验除不加试样外，其他步骤与上述操作一致。

7.1.2 浸提液前处理

吸取试样溶液 1 mL，于 15 mL 离心管，加入 9 mL 硫脲-盐酸溶液（5.12），摇匀。50°C 水浴加热 10 min。

7.1.3 标准曲线绘制

分别吸取砷标准工作溶液（5.17）0.00 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，用硫脲-盐酸溶液（5.12）稀释至刻度，摇匀，即得含砷 0.00 μg/L、2.00 μg/L、5.00 μg/L、10.00 μg/L、20.00 μg/L、40.00 μg/L 的砷标准系列溶液。此标准溶液适用于一般样品的测定。

7.1.4 测定

将仪器调节至最佳工作条件（参见附录A），在还原剂（5.10）和载流（5.11）的带动下，测定标准系列各点的荧光强度（校准曲线是减去标准空白后荧光强度对浓度绘制的校准曲线），然后依次测定样品空白、试样的荧光强度。

7.2 稀硝酸浸提-原子荧光法

7.2.1 有效态砷浸提

称取待测土壤（过 2 mm 筛孔的风干土壤）2.00 g 置于 50 mL 离心管中，加入稀硝酸浸提剂（5.9）20.00 mL，在 $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 条件下，振荡 4 h [振荡频率 (180 ± 20) r/min]。4500×g 离心 5 min，立即用 0.45 μm 滤膜过滤。空白实验除不加试样外，其他步骤与上述操作一致。

7.2.2 浸提液前处理

同 7.1.2。

7.2.3 标准曲线绘制

同 7.1.3。

7.2.4 测定

同7.1.4。

8 结果计算与表示

土壤样品中有效态砷（As）含量以质量分数 ω 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按下式计算：

$$\omega = \frac{(c - c_0) \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c —从标准曲线求得的浸提剂中砷的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 —从标准曲线求得的空白试样中砷的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —浸提剂体积，单位为毫升（mL）；

D —分取倍数，样品加入硫脲-盐酸溶液处理后体积与分取体积之比；

m —风干试样质量，单位为克（g）；

平行测定结果以算术平均值表示，保留小数点后三位有效数字。

9 精密度和准确度

按照本文件测定土壤有效态砷，其相对误差的绝对值不得超过8%。

附录 A

(资料性)

氢化物发生原子荧光光度计参考工作条件

不同型号的氢化物发生原子荧光光度计的最佳工作条件不同，可根据仪器使用说明书自行选择。表 A.1 列出了本文件通常采用的工作条件。

A.1 氢化物发生原子荧光光度计参考工作条件

负高压/V	250	加热温度/°C	200
A道灯电流/mA	0	载气流量/(mL/min)	400
B道灯电流/mA	50	屏蔽气流量/(mL/min)	1000
观测高度/mm	8	测量方法	标准曲线
读数方式	峰面积	读数时间/s	10
延迟时间/s	1	测量重复次数	2