

团 体 标 准

T/CCAA XX—XXXX

电感耦合等离子体发射光谱法测定渣场土 壤中砷、铅、铬、镉、汞

Determination of As,Pb,Cr,Cd,Hg by Inductively Coupled Plasma
Optical Emission Spectrometer

(征求意见稿)

202X -XX -XX 发布

202X - XX - XX 实施

中国认证认可协会 发布

目 次

目 次	II
前 言	II
引 言	III
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	1
6 试剂和材料	2
6.1 硝酸	2
6.2 盐酸	2
6.3 氢氟酸	2
6.4 高氯酸	2
6.5 硝酸溶液	2
6.6 标准溶液	2
6.7 尼龙筛	2
6.8 其他	2
7 仪器和设备	2
7.1 电感耦合等离子体发射光谱仪	2
7.2 鼓风干燥箱	2
7.3 温控电热板	3
7.4 电子天平	3
7.5 聚四氟乙烯消解罐	3
7.6 其他实验室常用仪器	3
8 样品	3
9 分析步骤	3
10 结果计算与表示	4
11 精密度和准确度	4
12 质量保证和质量控制	4
附 录 A （资料性）	5

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。

请注意本文件的其他内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件起草单位：中国计量科学研究院、中国标准化研究院、南京师范大学、中钢集团马鞍山矿山研究总院股份有限公司、生态环境部南京环境科学研究所、山东省分析测试中心等。

本文件主要起草人：李海峰、巢静波、兰韬、王风贺、李书钦、李波、王振华。

引 言

近年来，为规范选冶渣场土壤重金属测定方法，根据《中华人民共和国环境保护法》、《国务院关于印发土壤污染防治行动计划的通知》(国发〔2016〕31号)、《污染地块环境管理办法(试行)》、《工业企业场地环境调查评估与修复工作指南(试行)》、《GB15618土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准》、《GB36600土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准》《GB18598危险废物填埋污染控制标准》等有关法律和通知的规定，结合污染修复实际需求，制定本技术规范。

指南规定了选冶渣场污染地块修复前后土壤重金属测定的工作程序、方法、内容。

电感耦合等离子体发射光谱法测定渣场土壤中砷、铅、铬、镉、汞

1 范围

本技术规范适用于矿山选冶渣场污染地土壤污染元素砷、铅、铬、镉、汞的测定程序、方法。

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。

GB15618 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准

GB36600 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准

GB/T36197 土壤质量 土壤采样技术指南

GB18598 危险废物填埋污染控制标准

HJ832 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法

HJ803 土壤和沉积物 12 种金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法

JJF1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

JJF1001 通用计量术语及定义

DB43/T1165 重金属污染场地土壤修复标准

DB13 河北省农田土壤重金属污染修复技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

测量重复性 measurement repeatability

在一组重复性测量条件下的测量精密度。

3.2

测量精密度 measurement precesion

在规定条件下，对同一或类似被测对象重复测量所得示值或测得值间的一致程度。

4 方法原理

土壤消解液中待测元素的原子或离子，在光源中最外层电子受到激发，由于不稳定在回落过程中释放特征辐射，根据特征辐射存在与否以及强度大小进行定性和定量分析的方法。

5 干扰和消

干扰类型主要包括光谱干扰和非光谱干扰两类。光谱干扰主要包括连续背景、谱线重叠干扰。可采用背景扣除法、干扰系数法，基体匹配法消除。非光谱干扰主要指化学干扰、电离干扰、物理干扰、去溶剂干扰等。可采用标准加入法消除。

6 试剂和材料

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超纯水。

6.1 硝酸

$\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

6.2 盐酸

$\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

6.3 氢氟酸

$\rho(\text{HF}) = 1.49 \text{ g/mL}$ ，优级级。

6.4 高氯酸

$\rho(\text{HClO}_4) = 1.76 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

6.5 硝酸溶液

3+97，用（6.1）配制。

6.6 标准溶液

6.6.1 单元素标准储备液

砷、铅、铬、镉和汞的单元素有证标准物质。

6.6.2 多元素混合标准储备溶液

$\rho = 10.0 \text{ mg/L}$ 。用硝酸溶液（6.5）稀释As、Pb、Cr、Cd、Hg单元素溶液标准储备液（6.6.1）配制成多元素混合标准储备溶液。亦可购买市售有证标准物质。仪器和设备

6.7 尼龙筛

0.074 mm 孔径（200 目）。

6.8 其他

容量瓶等一般实验室用品。

7 仪器和设备

7.1 电感耦合等离子体发射光谱仪

7.2 鼓风干燥箱

温度范围（50~200）℃。

7.3 温控电热板

控温精度 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 。

7.4 电子天平

最小分度值 0.1 mg。

7.5 聚四氟乙烯消解罐

体积 50 mL。

7.6 其他实验室常用仪器

8 样品

8.1 样品采集和制备

参照HJ/T 166和GB 17378.5的要求进行土壤的采集和保存。样品采集、运输和保存过程应避免沾污和待测元素损失。

8.2 样品制备

参照HJ/T 166和GB 17378.5的要求，取适量土壤样品平铺在干净的搪瓷盘或玻璃板上，除去样品中的枝棒、叶片、石子等异物，在环境温度不超过 40°C 条件下，自然风干后进行粗磨，过2 mm样品筛，将 >2 mm的土块粉碎后过2 mm样品筛，混匀，用球磨机磨细，过孔径0.074 mm (200目)筛(6.7)，混匀后放入玻璃瓶中待测。样品的制备过程应避免沾污和待测元素损失。

9 分析步骤

9.1 元素分析

称取 0.1g~0.2g（精确至 0.1 mg）经风干、研磨至粒径小于200 目的土壤样品，于50mL聚四氟乙烯坩埚中，加入少许水润湿试样，再加入 HNO_3 10mL~15mL，HF 5mL，摇匀后将坩埚放入不锈钢套筒中，拧紧，放在 180°C 的烘箱中消解 6h~8h。冷却至室温后取出聚四氟乙烯坩埚，加入 1mL~2mL HClO_4 ，置于电热板上，在 100°C ~ 120°C 加热除硅，待坩埚内剩下约 2mL~3mL 溶液时，调高温度 至 170°C ，蒸至冒浓白烟后再缓缓蒸至近干，取下坩埚稍冷，加入 2 mL盐酸溶液温热溶解残渣，冷却后用 3%硝酸（6.5）定容至 50 mL，摇匀，适当稀释后上机测试。

9.2 含水量测定

在元素分析的同时应进行含水量测定。方法如下：将玻璃皿在 $(105\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 1 h，烘干后立即转移于干燥器中冷却至室温，称量。用样品勺将 10g~15g 风干土壤试样，盖上盖，测定玻璃皿和土壤的质量，精确至0.1 mg。把放有土壤试样的玻璃皿打开盖子放进 $(105\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中，烘干至恒重，同时烘干容器盖。放入干燥器中冷却至室温后准确称重，计算样品含水量。实验室空白试样的测定

按照与试样的测定(9.1)相同的仪器参考条件和操作步骤测定实验室空白试样。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

土壤样品中各金属元素的含量 ω (mg/kg)，按下式进行计算：

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times W_{DM}} \times 10^{-3}$$

式中： ω —土壤样品中金属元素的含量，mg/kg；

ρ —由校准曲线计算所得试样中金属元素的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_0 —实验室空白试样中对应金属元素的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V —消解后试样的定容体积，mL；

m —称取土壤样品的质量，g；

W_{DM} —土壤样品干物质的含量，%；

f —稀释因子

10.2 结果表示

测定结果小数位数的保留与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 准确度

测量前应采用适当的方法进行方法确认，包括加标回收率验证、标准物质验证等。加标回收率原则控制在90%~110%之间，或者测定结果在标准物质特性量值不确定度范围内。

11.2 精密度

精密度应满足测量结果不确定度评估要求。

12 质量保证和质量控制

应优先选择具有可靠溯源性的国家有证标准物质用于标准曲线绘制和方法确认。

每批样品至少应包括3个空白试样，空白值应符合下列情况之一才能被认为是可接受的：空白值应低于方法检出限或低于标准限值10%或低于每一批样品最低测定值的10%。

每次分析应建立校准曲线，不计空白校准曲线点不应少于4点，待测样品浓度点应在校准曲线中间点附近，曲线的相关系数应不小于0.999。

附 录 A

(资料性)

表1 推荐元素测定波长及干扰元素

测定元素	测定波长 (nm)	干扰元素
As	189.042, 193.759	铬、碳、钡、铈、铈、钛、锡、铷、铈、铁、铝、钨、钨、铈、铈
Pb	220.353	钴、铋、硫、钨、氮、钒、钨、铂
Cr	283.563, 267.716, 284.325	钴、铁、钨、铈、铈、钛、锰、钨、铂、钨、钒、磷、氯、钨、钨
Cd	228.802, 226.502	铈、镍、铂、钨、氧、氮、钴、砷、铈、铁、铝、铈、硫
Hg	184.950, 194.227	铝、铈、硅、锡、钠、钒、铈、钨、钴、钒