



中华人民共和国国家标准

GB/T 22105.3—2026

代替 GB/T 22105.3—2008

土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法 第3部分：土壤中 总铅的测定

Soil quality—Determination of total mercury, total arsenic and total lead—
Atomic fluorescence spectrometry—Part 3: Determination of total lead in soil

2026-05-25 发布

2026-12-01 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	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器与设备	2
7 样品	2
8 分析步骤	3
9 结果计算与表达	3
10 质量保证和质量控制	4
11 试验报告	4
12 方法检出限和定量限	5
附录 A (资料性) 仪器分析参考条件	6

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。

本文件是 GB/T 22105《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法》的第 3 部分。GB/T 22105 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：土壤中总汞的测定；
- 第 2 部分：土壤中总砷的测定；
- 第 3 部分：土壤中总铅的测定。

本文件代替 GB/T 22105.3—2008《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法 第 3 部分：土壤中总铅的测定》，与 GB/T 22105.3—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了多孔电热消解设备(见 6.4,2008 年版的第 4 章)；
- 增加了样品的要求(见第 7 章)；
- 更改了试样的制备(见 8.1,2008 年版的 5.1)；
- 更改了结果表示(见 9.2,2008 年版的第 6 章)；
- 增加了质量保证和控制措施(见 10.1、10.2,2008 年版的第 8 章)；
- 更改了精密度和正确度(见 10.3、10.4,2008 年版的第 7 章)；
- 增加了“试验报告”(见第 11 章)。
- 更改了检出限(见第 12 章,2008 年版的第 1 章)；
- 增加了定量限(见第 12 章)。

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/TC 404)归口。

本文件起草单位：农业农村部环境保护科研监测所、中国科学院南京土壤研究所、北京市耕地建设保护中心、天津市地质矿产测试中心。

本文件主要起草人：戴礼洪、徐亚平、李军幸、朱璇、龚华、刘晓霞、张岩、姜红新、穆莉、王玉姣、尚培瑜、叶贺、贺泽英、蔡彦明、刘岩。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2008 年首次发布为 GB/T 22105.3—2008；
- 本次为第一次修订。

引 言

汞、砷、铅作为土壤环境中典型的有毒有害元素,其含量监测是土壤质量评价、污染治理及风险管控的重要基础。原子荧光光谱法因其灵敏度高、检出限低、操作相对简便等优点,已成为测定上述元素的主流技术之一。

考虑到总汞、总砷、总铅在样品前处理、测定条件、干扰消除等方面存在显著差异,为便于标准的使用与执行,GB/T 22105《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法》将土壤中总汞、总砷、总铅的原子荧光测定方法按元素划分为三个独立部分,共同构成完整的测定方法体系。

- 第1部分:土壤中总汞的测定;
- 第2部分:土壤中总砷的测定;
- 第3部分:土壤中总铅的测定。

土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定

原子荧光法 第3部分：土壤中总铅的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件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

本文件描述了采用原子荧光法测定土壤中总铅的方法。
本文件适用于土壤中总铅的测定。

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
GB 15346 化学试剂 包装及标志
HJ 613 土壤干物质和水分的测定 重量法
NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸体系消解土壤样品，用硼氢化钾与样品中铅反应生成铅的氢化物，由载气（氩气）导入原子化器中，在铅空心阴极灯照射下，基态铅原子被激发至高能态，回到基态时发射出特征波长的荧光，其荧光强度与试样中铅的含量成正比，与校准系列比较，通过定量计算得到样品的含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时应使用符合 GB 15346 规定的优级纯及以上规格试剂，实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

- 5.1 盐酸(HCl): $\rho=1.19$ g/mL。
- 5.2 硝酸(HNO₃): $\rho=1.42$ g/mL。
- 5.3 氢氟酸(HF): $\rho=1.15$ g/mL。

5.4 高氯酸(HClO_4): $\rho=1.67\text{ g/mL}$ 。

5.5 氢氧化钾(KOH)。

5.6 硼氢化钾(KBH_4)。

5.7 铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 。

5.8 金属铅:(Pb ,CAS号:7439-92-1),纯度 $\geq 99.5\%$ 。

5.9 载液(1%盐酸溶液):量取50 mL盐酸(5.1),缓慢倒入盛有少量水的5 000 mL烧杯中,用水稀释至刻度,混匀。载液浓度可根据仪器参数设置进行调整。

5.10 还原剂(10 g/L硼氢化钾+10 g/L氢氧化钾+10 g/L铁氰化钾溶液):称取5.0 g氢氧化钾(5.5)放入500 mL烧杯中,用少量水溶解;再称取5.0 g硼氢化钾(5.6)、5.0 g铁氰化钾(5.7)放入氢氧化钾溶液中,溶解后用水稀释至刻度,混匀。还原剂浓度可根据仪器参数设置进行调整,现用现配。

5.11 铅标准贮备溶液: $\rho=1\ 000\text{ mg/L}$ 。

称取0.500 0 g金属铅(5.8)于烧杯中,加入少量硝酸(5.2)溶解,必要时加热直至全部溶解,转移至500 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。此溶液铅浓度为1 000 mg/L(可以购买标准物质/标准样品)。

5.12 铅标准中间溶液: $\rho=2.00\text{ mg/L}$ 。

吸取10.00 mL铅标准贮备溶液(5.11),转移至100 mL容量瓶中,用载液(5.9)定容至刻度,混匀,此标准溶液铅浓度为100 mg/L。同理逐级稀释,配制2.00 mg/L铅标准中间溶液。

5.13 铅标准工作溶液: $\rho=0.20\text{ mg/L}$ 。

吸取10.00 mL铅标准中间溶液(5.12),转移至100 mL容量瓶中,用载液(5.9)定容至刻度,混匀,配制0.20 mg/L铅标准工作溶液。

注1:方法中的各类实验溶液根据测试样品的需要量配制。

注2:本方法检测铅元素对样品还原反应的酸度要求严格,根据仪器厂家的参数设置对载液或还原剂浓度进行适当调节,通常仪器氢化物反应后废液的pH值控制在8.0左右。

6 仪器与设备

6.1 原子荧光光度计:具备180 nm~300 nm波长检测能力。

6.2 铅空心阴极灯。

6.3 电热板:最高控温不低于200℃,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.4 多孔电热消解设备:最高控温不低于200℃,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.5 分析天平:感量0.1 mg、0.01 g。

6.6 尼龙筛:0.149 mm孔径、2 mm孔径。

6.7 常用实验器皿:如烧杯、容量瓶、吸量管、聚四氟乙烯坩埚、聚四氟乙烯消解管等。

7 样品

7.1 样品采集与保存

土壤样品的采集和保存按照NY/T 1121.1规定的方法进行。样品采集、运输和保存过程避免沾污和待测元素损失。

7.2 样品的制备

土壤样品的制备按照NY/T 1121.1规定的方法进行。除去土壤样品中的植物残体、石块等异物,将土壤样品进行风干、研磨过2 mm孔径尼龙筛;再分取一定量的2 mm样品研磨并全部通过

0.149 mm 孔径的尼龙筛,混匀后备用。

样品制备过程避免研磨工具沾污和样品交叉污染。

7.3 水分含量的测定

土壤样品水分含量的测定按照 HJ 613 规定的方法进行。

8 分析步骤

8.1 试样的制备

称取 0.2 g~1.0 g(精确至 0.000 1 g)土壤样品(7.2),于 25 mL 聚四氟乙烯坩埚或 50 mL 聚四氟乙烯消解管中,加少许水润湿样品。在通风橱中,加入 5 mL 盐酸(5.1),2 mL 硝酸(5.2),摇匀,盖上坩埚盖或试管盖,浸泡过夜。置于电热板上或多孔电热消解设备上消解,温度控制在 100 °C 左右,消解至残余酸约 2 mL,加入 2 mL 氢氟酸(5.3),继续消解至残余酸约 2 mL 时取下,加入 2 mL~3 mL 高氯酸(5.4),升温至 200 °C 左右,消解至白烟冒尽,加少许水反复淋洗坩埚或聚四氟乙烯消解管内壁 2~3 次,直至残余酸完全赶尽,取下冷却后转移至 50 mL 容量瓶中,用载液(5.9)定容至刻度后混匀。再分取 5.00 mL 试样溶液于 50 mL 容量瓶中,用载液(5.9)定容至刻度后混匀,取上清液待测。

8.2 空白试样

不称取土壤样品,采用与 8.1 相同的试剂和步骤,制备空白试样。每批次样品制备不少于 2 个空白试样。

8.3 校准曲线

分别吸取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 铅标准工作溶液(5.13)于 7 个 50 mL 容量瓶中,用载液(5.9)定容至刻度,混匀。配制铅含量分别为 0.00 μg/L、4.00 μg/L、8.00 μg/L、12.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L、40.0 μg/L 的系列校准溶液。此校准系列适用于一般样品的测定。

8.4 仪器参考条件

不同型号仪器的参数设置可根据仪器使用说明书自行选择。通常采用的参数见附录 A 中的表 A.1。

8.5 测定

将仪器调至最佳工作条件,导入载液(5.9)和还原剂(5.10),测定校准系列各浓度点的荧光强度,绘制校准曲线。再依次测定空白试样(8.2)、试样(8.1),通过与校准曲线比较得出试样中铅的浓度,如果试样浓度超过校准曲线范围,应稀释后重新进行测定,空白试样与试样稀释倍数一致。

9 结果计算与表达

9.1 结果计算

土壤样品中总铅含量 w 以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_2 \times V \times D}{m \times (1 - f) \times V_1 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w ——土壤样品中总铅含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ ——试样测定质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- ρ_0 ——空白试样测定质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V_2 ——分取试样溶液的定容体积,单位为毫升(mL);
- V ——试样消解后的定容体积,单位为毫升(mL);
- D ——稀释倍数;
- m ——称取的土壤样品质量,单位为克(g);
- f ——土壤样品水分含量,以百分数(%)表示;
- V_1 ——分取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——将“ μg ”换算为“mg”的系数。

9.2 结果表示

样品结果小于 1 mg/kg 时,保留至小数点后一位;样品结果大于或等于 1 mg/kg 且小于 100 mg/kg 时,保留三位有效数字;样品结果大于或等于 100 mg/kg 时,保留整数。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试样

空白试样的平均值应符合下列情况之一,才能被认为是可接受的:

- 低于方法检出限;
- 低于标准限值的 10%;
- 低于检测批次样品最低值的 10%。

10.2 校准曲线

每次分析应建立校准曲线,其相关系数应 ≥ 0.999 。

每 20 个样品或每批次(样品少于 20 个时)分析结束后,应进行校准系列中间浓度点核查,中间浓度点测定值与标准值的相对误差应控制在 $\pm 10\%$ 以内,同一检测批次中,实测校准中间浓度点的最大值相比最小值的偏差应不超过 10%。

10.3 精密度

每 20 个样品或每批次(样品少于 20 个时)应测定至少 1 个平行样品,平行样品测定结果应满足方法精密度的要求。

样品含量小于 20 mg/kg 时,重复性条件下两次独立测试结果的相对偏差不超过 10%;样品含量大于或等于 20 mg/kg 时,重复性条件下两次独立测试结果的相对偏差不超过 5%。

10.4 正确度

每 50 个样品或每批次(样品少于 50 个时)应测定至少 1 个标准物质/标准样品,其测定结果应符合证书给出的标准值与不确定度范围。

11 试验报告

试验报告应包含以下信息:

- 试验对象信息；
- 分析方法；
- 试验日期；
- 试验结果；
- 本文件编号；
- 本文件没有特别指出的其他详细信息或可对结果造成影响的其他任何详细资料。

12 方法检出限和定量限

在取样量为 0.25 g, 定容体积为 50 mL, 分取倍数 10 倍条件下, 本方法检出限为 0.1 mg/kg, 定量限为 0.3 mg/kg。

附 录 A
(资料性)
仪器分析参考条件

仪器分析参考条件见表 A.1。

表 A.1 仪器分析参考条件

参数名称	参数	参数名称	参数
负高压/V	280	原子化器加热温度/℃	200
灯电流/mA	80	载气流量/(mL/min)	400
观测高度/mm	8	屏蔽气流量/(mL/min)	1 000
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
