

ICS 13.080.05
B 11

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.10—2006

土壤检测 第10部分：土壤总汞的测定

Soil Testing
Part 10: Method for determination of soil total hydrargyrum

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

……

本部分为 NY/T 1121 的第10部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、上海市农业技术推广服务中心、山西省土壤肥料工作站。

本部分主要起草人:田有国、辛景树、任意、龙怀玉、朱恩、王晋民、郑磊。

土 壤 检 测

第 10 部分:土壤总汞的测定

1 应用范围

本部分适用于一般土壤中痕量汞的测定。

本部分最低检出量为 0.04 ng 汞。若称取 0.5 g 样品测定,则最低检出限为 0.002 mg/kg,测定上限可达 0.4 mg/kg。

2 方法提要

基态汞原子在波长为 235.7 nm 的紫外光激发而产生共振荧光,在一定的测量条件下和较低浓度范围内,荧光浓度与汞浓度成正比。

样品用硝酸—盐酸混合试剂在沸水浴中加热消解,使所含汞全部以二价汞的形式进入到溶液中,再用硼氢化钾将二价汞还原成单质汞,形成汞蒸气,在载气带动下导入仪器的荧光池中,测定荧光峰值,求得样品中汞的含量。

3 仪器和设备

3.1 原子荧光光度计

3.2 氙气或高纯氮气瓶

4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

4.1 (1+1)王水溶液

取 3 份浓盐酸(优级纯, $\rho = 1.19 \text{ g/cm}^3$)与 1 份浓硝酸(优级纯, $\rho = 1.40 \text{ g/cm}^3$)混合,然后用二级水稀释 1 倍。

4.2 硼氢化钾(KBH₄)—氢氧化钾(KOH)溶液(还原剂)

称取 0.2 g 氢氧化钾(KOH)放入烧杯中,用少量水溶解。称取 0.01 g 硼氢化钾(KBH₄, 99%)放入氢氧化钾溶液中,用水稀释至 100 mL。

4.3 保存液

称取 0.5 g 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇, 优级纯),用少量水溶解,加 50 mL 浓硝酸(优级纯, $\rho = 1.40 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 1 L,摇匀。

4.4 稀释液

称取 0.2 g 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇, 优级纯)溶于 900 mL 水,加入 28 mL 浓硫酸(优级纯, $\rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 1 L,摇匀。

4.5 汞标准贮备溶液[$\rho(\text{Hg}) = 0.1 \text{ g/L}$]

称取 0.135 4 g 在硅胶干燥器中放置过夜的氯化汞(HgCl₂, 优级纯),用保存液(4.3)溶解并用保存液(4.3)无损移入 1 L 容量瓶中,用保存液(4.3)定容,即为含汞(Hg)100 mg/L 的标准贮备溶液。

准确吸取 10.00 mL 上述汞标准贮备溶液,移入 1 L 容量瓶中,用保存液(4.3)定容,即为含汞(Hg)

NY/T 1121.10—2006

1.00 mg/L 的标准溶液。

准确吸取 20.00 mL 含汞(Hg)1.00 mg/L 的标准溶液,移入 1L 容量瓶中,用保存液(4.3)定容,即为含汞(Hg)20.00 ng/mL 的标准溶液(现用现配)。

4.6 硝酸溶液[$\phi(\text{HNO}_3) = 5\%$]

5 分析步骤

5.1 试样制备

称取通过 0.149 mm 筛孔的风干试样 0.2 g~2.0 g(精确至 0.000 1 g)置于 50 mL 具塞比色管中,加 10 mL(1+1)王水(4.1),加塞后小心摇匀,于沸水浴中加热消解 2 h,取出冷却,立即加 10 mL 保存液(4.3),用稀释液(4.4)定容,澄清后直接上机待测。同时做空白试验。

5.2 测定

按仪器说明书的要求调试好原子荧光光度计测量条件,以硝酸溶液(4.6)为载流,以硼氢化钾—氢氧化钾溶液(4.2)为还原剂,测量试液的荧光强度。

5.3 绘制校准曲线:

分别准确吸取含汞(Hg)20.00 ng/mL 的标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 7 个 50 mL 具塞比色管中,加 10 mL 保存液(4.3),用稀释液(4.4)稀释至标线,摇匀,即为含汞(Hg)0.00 ng/mL、0.20 ng/mL、0.40 ng/mL、0.80 ng/mL、1.20 ng/mL、1.60 ng/mL、2.00 ng/mL 的标准系列溶液。在原子荧光光度计上,与试样同条件将标准系列溶液各浓度吸入原子化器中进行原子化,分别测量、记录荧光强度,绘制校准曲线或求出一元直线回归方程。

6 结果计算

$$\omega(\text{Hg}) = \frac{\rho \cdot V}{1\,000 \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega(\text{Hg})$ ——土壤汞的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——从校准曲线上查得汞(Hg)的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样消解后定容体积,单位为毫升(mL)。本试验为 50 mL;

m ——风干试样重量,单位为克(g);

1 000——将 ng 换算为 μg 的系数;

重复试验结果以算术平均值表示,保留两位小数。

7 精密度

表 1 重复试验结果允许相对标准偏差

样品含量范围,mg/kg	允许差(实验室内),%	允许差(实验室间),%
<0.1	35	40
0.1~0.4	30	35
>0.4	25	30

8 注释

1) 操作中要注意检查全程序的试剂空白,发现试剂或器皿玷污,应重新处理,严格筛选,并妥善保管,防止交叉污染。

NY/T 1121.10—2006

- 2) 此消解体系不仅由于它本身的氧化能力使样品中大量有机物得以分解,同时也能提取各种无机形态的汞。而盐酸存在的条件下,大量 Cl^- 与 Hg^{2+} 作用形成稳定的 $[\text{HgCl}]^{2-}$ 络离子,可抑制汞的吸附和挥发。但应避免使用沸腾的王水处理样品,以防止汞以氯化物形式挥发而损失。样品中含有较多的有机物时,可适当增大硝酸—盐酸混合试剂的浓度和用量。
- 3) 由于环境因素的影响及仪器稳定性的限制,每批样品测定时须同时绘制校准曲线。若试样中汞含量太高,不能直接测量,应适当减少称样量,使试样含汞量保持在校准曲线的直线范围内。
- 4) 样品消解完毕,通常加入保存液和稀释液稀释,以防止汞的损失。不过样品宜尽早测定为妥,一般情况下只允许保存 2 d~3 d。
- 5) 激发态汞原子与某些原子或化合物(如氧、氮和二氧化碳等)碰撞发生能量传递而产生“荧光淬灭”,故用惰性气体氩气或高纯氮作为载气通入荧光池中,以帮助改善测试的灵敏度和稳定性。操作时应注意避免空气和水蒸气进入荧光池。