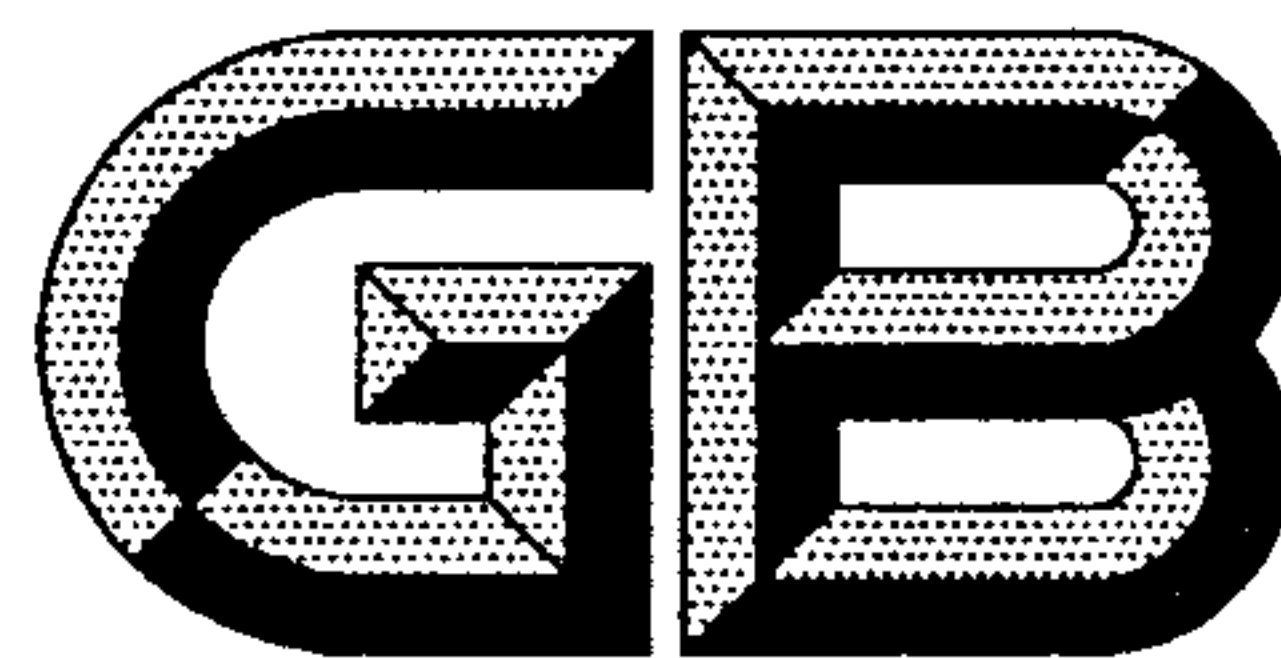




中华人民共和国国家标准

GB/T 22105.1—2008

土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法

第1部分：土壤中总汞的测定

Soil quality—Analysis of total mercury, arsenic and lead contents—
Atomic fluorescence spectrometry—
Part 1: Analysis of total mercury contents in soils

2008-06-27 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 22105《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法》分为三个部分：

——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。

本部分为 GB/T 22105 的第1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：农业部环境保护科研监测所。

本部分主要起草人：刘凤枝、刘岩、蔡彦明、刘铭、徐亚平、战新华、刘传娟。

土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定

原子荧光法

第1部分：土壤中总汞的测定

1 范围

GB/T 22105 的本部分规定了土壤中总汞的原子荧光光谱测定方法。

本部分适用于土壤中总汞的测定。

本部分方法检出限为 0.002 mg/kg。

2 原理

采用硝酸-盐酸混合试剂在沸水浴中加热消解土壤试样,再用硼氢化钾(KBH_4)或硼氢化钠(NaBH_4)将样品中所含汞还原成原子态汞,由载气(氩气)导入原子化器中,在特制汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞的含量成正比。与标准系列比较,求得样品中汞的含量。

3 试剂

本部分所使用的试剂除另有说明外,均为分析纯试剂,试验用水为去离子水。

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

3.2 硝酸(HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/mL}$,优级纯。

3.3 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84\text{ g/mL}$,优级纯。

3.4 氢氧化钾(KOH):优级纯。

3.5 硼氢化钾(KBH_4):优级纯。

3.6 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$):优级纯。

3.7 氯化汞(HgCl_2):优级纯。

3.8 硝酸-盐酸混合试剂[(1+1)王水]:取1份硝酸(3.2)与3份盐酸(3.1)混合,然后用去离子水稀释一倍。

3.9 还原剂[0.01%硼氢化钾(KBH_4)+0.2%氢氧化钾(KOH)溶液]:称取0.2 g 氢氧化钾(3.4)放入烧杯中,用少量水溶解,称取0.01 g 硼氢化钾(3.5)放入氢氧化钾溶液中,用水稀释至100 mL,此溶液现用现配。

3.10 载液[(1+19)硝酸溶液]:量取25 mL 硝酸(3.2),缓缓倒入放有少量去离子水的500 mL 容量瓶中,用去离子水定容至刻度,摇匀。

3.11 保存液:称取0.5 g 重铬酸钾(3.6),用少量水溶解,加入50 mL 硝酸(3.2),用水稀释至1 000 mL,摇匀。

3.12 稀释液:称取0.2 g 重铬酸钾(3.6),用少量水溶解,加入28 mL 硫酸(3.3),用水稀释至1 000 mL,摇匀。

3.13 汞标准贮备液:称取经干燥处理的0.135 4 g 氯化汞(3.7),用保存液(3.11)溶解后,转移至1 000 mL 容量瓶中,再用保存液(3.11)稀释至刻度,摇匀。此标准溶液汞的浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ (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)。

3.14 汞标准中间溶液:吸取10.00 mL 汞标准贮备液(3.13)注入1 000 mL 容量瓶中,用保存液

(3.11)稀释至刻度,摇匀。此标准溶液汞的浓度为 1.00 μg/mL。
3.15 汞标准工作溶液:吸取 2.00 mL 汞标准中间溶液(3.14)注入 100 mL 容量瓶中,用保存液(3.11)稀释至刻度,摇匀。此标准溶液汞的浓度为 20.0 ng/mL(现用现配)。

4 仪器及设备

- 4.1 氢化物发生原子荧光光度计。
- 4.2 汞空心阴极灯。
- 4.3 水浴锅。

5 分析步骤

5.1 试样制备

称取经风干、研磨并过 0.149 mm 孔径筛的土壤样品 0.2 g~1.0 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 具塞比色管中,加少许水润湿样品,加入 10 mL(1+1)王水(3.8),加塞后摇匀,于沸水浴中消解 2 h,取出冷却,立即加入 10 mL 保存液(3.11),用稀释液(3.12)稀释至刻度,摇匀后放置,取上清液待测。同时做空白试验。

5.2 空白试验

采用与 5.1 相同的试剂和步骤,制备全程序空白溶液。每批样品至少制备 2 个以上空白溶液。

5.3 校准曲线

分别准确吸取 0.00,0.50,1.00,2.00,3.00,5.00,10.00 mL 汞标准工作液(3.15)置于 7 个 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 保存液(3.11),用稀释液(3.12)稀释至刻度,摇匀,即得含汞量分别为 0.00,0.20,0.40,0.80,1.20,2.00,4.00 ng/mL 的标准系列溶液。此标准系列适用于一般样品的测定。

5.4 仪器参考条件

不同型号仪器的最佳参数不同,可根据仪器使用说明书自行选择。表 1 列出了本部分通常采用的参数。

表 1 仪器参数

负高压/V	280	加热温度/℃	200
A 道灯电流/mA	35	载气流量/(mL/min)	300
B 道灯电流/mA	0	屏蔽气流量/(mL/min)	900
观测高度/mm	8	测量方法	校准曲线
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

5.5 测定

将仪器调至最佳工作条件,在还原剂(3.9)和载液(3.10)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的荧光强度对浓度绘制的校准曲线),然后测定样品空白、试样的荧光强度。

6 结果表示

土壤样品总汞含量 w 以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:
$$w = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times (1 - f) \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:
 c ——从校准曲线上查得汞元素含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c_0 ——试剂空白液测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——样品消解后定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

f ——土壤含水量;

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,保留三位有效数字。

7 精密度和准确度

按照本部分测定土壤中总汞,其相对误差的绝对值不得超过 5%。在重复条件下,获得的两次独立测定结果的相对偏差不得超过 12%。

8 注释

8.1 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。

8.2 硝酸-盐酸消解体系不仅由于氧化能力强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。而盐酸存在条件下,大量 Cl^- 与 Hg^{2+} 作用形成稳定的 $[\text{HgCl}_4]^{2-}$ 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,以防止汞以氯化物的形式挥发而损失。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。

8.3 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。若样品中汞含量太高,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。

8.4 样品消解完毕,通常要加保存液并以稀释液定容,以防止汞的损失。样品试液宜尽早测定,一般情况下只允许保存 2 d~3 d。
