

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3788—2020

## 农田土壤中汞的测定 催化热解—原子荧光法

Determination of mercury in farmland soil—Catalytic  
pyrolysis atomic fluorescence spectrometry

2020-11-12 发布

2021-04-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂或材料 .....	1
5 仪器设备 .....	1
6 样品 .....	2
7 分析步骤 .....	2
8 试验数据处理 .....	2
9 精密度 .....	2
10 注意事项 .....	3
附录 A(资料性附录) 催化热解金汞齐直接进样系统参考条件 .....	4



## 前言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2015 给出的规则起草。

本标准由农业资源环境标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、农业农村部环境保护科研监测所、农业农村部农业生态与资源保护总站、北京市农业环境监测站、广东省农业科学院农产品公共监测中心、北京农业质量标准与检测技术研究中心、河北省农林科学院农业资源环境研究所。

本标准主要起草人：毛雪飞、刘霁欣、刘潇威、郑顺安、穆莉、戴礼洪、欧阳喜辉、习佳林、李玲、王旭、倪润祥、郝聪、钱永忠、王富华、韩平、王凌、刘腾鹏、邢培哲、吕照慧、王春慧。

# 农田土壤中汞的测定 催化热解-原子荧光法

## 1 范围

本标准规定了农田土壤中汞含量测定的催化热解-原子荧光法。

本标准适用于农田土壤中汞含量的测定。

当取样量为 50 mg 时,本标准方法的检出限为 0.3  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,定量限为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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
- HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法
- HJ/T 166 土壤环境监测技术规范
- NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

## 3 原理

农田土壤样品中的汞经电热蒸发及催化热解后,被还原成汞原子,用汞齐富集后再释放进入原子荧光光谱仪,以 253.7 nm 波长汞灯激发检测汞的原子荧光信号,外标法定量。

## 4 试剂或材料

除非另有说明,所用试剂均为优级纯。实验室用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )。
- 4.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。
- 4.3 氯化汞( $\text{HgCl}_2$ ):在干燥器中充分干燥。
- 4.4 固定液:将 0.5 g 重铬酸钾(4.1)溶于 950 mL 水中,再加 50 mL 硝酸(4.2),摇匀。
- 4.5 汞标准储备液(100 mg/L):称取 0.135 4 g 氯化汞(4.3),用适量固定液(4.4)溶解后,再用固定液(4.4)定容至 1 000 mL,摇匀,4℃ 冷藏;或使用经国家认证并授予证书的标准物质。
- 4.6 汞标准使用液(1.00 mg/L):准确吸取 1.0 mL 汞标准储备液(4.5),用固定液(4.4)定容至 100 mL,摇匀,4℃ 冷藏。
- 4.7 助燃气:氧气(纯度为 99.99%,V:V),或经净化后的空气。
- 4.8 载气:氩气或氩氢混合气(体积比为 9:1 的氩气和氢气混合气,纯度均为 99.99%,V:V)。
- 4.9 石英砂:75  $\mu\text{m}$ ~150  $\mu\text{m}$ (200 目~100 目),置于马弗炉中 850℃ 灼烧 2 h,冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

## 5 仪器设备

- 5.1 直接进样测汞仪:主要由催化热解金汞齐直接进样系统和检测器两部分构成。催化热解金汞齐直接进样系统具有电热蒸发器、催化热解炉和金汞齐装置,配备进样舟;原子荧光光谱仪作为检测器,配备汞空心阴极灯。
- 5.2 分析天平:感量为 0.01 mg。
- 5.3 马弗炉:配有温控装置,使炉温保持在(850±25)℃。

## 6 样品

### 6.1 样品采集和保存

农田土壤样品按照 NY/T 395 和 HJ/T 166 的相关要求采集和保存。新鲜土壤样品采集后,置于玻璃瓶中 4℃ 以下冷藏保存,保存时间为 28 d。

### 6.2 试样的制备

按照 HJ/T 166,将采集的样品在实验室风干或低温烘干(40℃ 以下),然后破碎,全部过孔径 0.15 mm (100 目)筛,保存备用。

注:如需测定土壤样品的干物质含量,可按照 HJ 613 的规定执行。

## 7 分析步骤

### 7.1 测试条件

按照仪器说明书的要求调试好直接进样测汞仪的运行条件,其中催化热解金汞齐直接进样系统的运行条件参见附录 A。

### 7.2 工作曲线绘制

准确吸取汞标准使用液(4.6),用固定液(4.4)逐级稀释成汞标准系列溶液,进样 50 μL 时汞的质量浓度分别为 0 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L(对应汞的质量分别为 0 ng、0.50 ng、2.50 ng、10.0 ng、25.0 ng、50.0 ng)。由低浓度到高浓度顺次对汞标准系列溶液进行测定,以各标准系列溶液中汞的质量(ng)为横坐标,以其原子荧光信号值为纵坐标,绘制汞标准曲线,其线性回归系数( $R^2$ ) $\geq$ 0.995。

### 7.3 测定

在进样舟中准确称取 50 mg~100 mg(精确至 0.1 mg)农田土壤试样(6.2),按照 7.1 的要求进行测定,获得相应的原子荧光信号值,从标准曲线上计算汞的质量。若测定结果超出标准曲线范围上限,应减少进样量,或者重新制定线性范围更宽的标准曲线再进行测定。同时使用石英砂(4.9)做空白试验。

注 1:在保证样品代表性的情况下,取样量可根据样品含量适当增加或减少,过 0.15 mm 孔径筛土壤试样的最小进样量可低至 20 mg。

注 2:每次实验前需对所用的进样舟进行空白测定,进样舟的空白值应低于方法检出限,推荐使用仪器自带的高温净化程序。

## 8 试验数据处理

### 8.1 结果计算

试样中汞的含量  $c$ ,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),按式(1)计算。

$$c = \frac{m_1 - m_0}{m \times w_{\text{dm}}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $c$  —— 试样中汞的含量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- $m_1$  —— 根据标准曲线计算出试样中汞的质量,单位为纳克(ng);
- $m_0$  —— 石英砂空白中汞的质量,单位为纳克(ng);
- $m$  —— 称取试样的质量,单位为克(g);
- $w_{\text{dm}}$  —— 样品干物质含量,单位为百分号(%)。

### 8.2 结果表示

当测定结果 $<10.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,保留到小数点后 1 位; $\geq 10.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,保留 3 位有效数字。

## 9 精密度

当样品汞含量 $\leq 10.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术

平均值的 30%；当样品汞含量在  $10.0 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 100 \mu\text{g}/\text{kg}$  时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 25%；当样品汞含量在  $>100 \mu\text{g}/\text{kg}$  时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

## 10 注意事项

10.1 应避免在汞污染的环境中操作。

10.2 实验过程中仪器排放的含汞废气可使用碘溶液、硫酸、二氧化锰溶液或高锰酸钾溶液吸收，吸收液须及时更换。

## 附录 A

(资料性附录)

## 催化热解金汞齐直接进样系统参考条件

催化热解金汞齐直接进样系统参考条件见表 A.1。

表 A.1 催化热解金汞齐直接进样系统参考条件

步骤/条件	仪器参数	指标值	仪器参数	指标值
1	干燥温度	100℃~220℃	干燥时间	30 s~60 s
2	氧化分解温度	400℃~650℃	氧化分解时间	60 s~120 s
3	催化热解温度	500℃~700℃		—
4	汞齐分解温度	600℃~900℃	汞齐分解时间	10 s~30 s
5	助燃气流速(空气)	300 mL/min~400 mL/min	载气流速 <sup>b</sup>	600 mL/min~900 mL/min
<sup>a</sup> 样品蒸发、完全分解、催化热解、金汞齐捕获过程在空气或等效氧气条件下完成。 <sup>b</sup> 汞齐分解过程在氦氢混合气载气条件下完成。				



中华人民共和国  
农业行业标准  
农田土壤中汞的测定  
催化热解-原子荧光法

NY/T 3788—2020

\* \* \*

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街18号楼)

(邮政编码:100125 网址:www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

\* \* \*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15千字

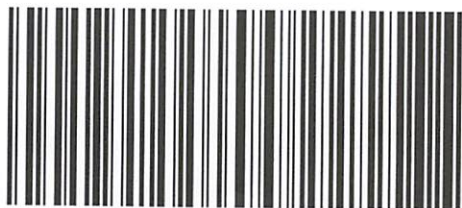
2021年3月第1版 2021年3月北京第1次印刷

书号:16109·8428

定价:24.00元

版权专有 侵权必究

举报电话:(010) 59194261



NY/T 3788—2020

