

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3789—2020

## 农田灌溉水中汞的测定 催化热解-原子荧光法

Determination of mercury in irrigation water for farmland—  
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 录

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、农业农村部农业生态与资源保护总站、农业农村部环境保护科研监测所、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、钱永忠、郑顺安、刘潇威、王旭、戴礼洪、穆莉、欧阳喜辉、习佳林、李玲、郝聪、倪润祥、王富华、李思琦、刘腾鹏、王春慧、韩平、王凌、吕照慧。

# 农田灌溉水中汞的测定 催化热解-原子荧光法

## 1 范围

本标准规定了农田灌溉水中汞含量测定的催化热解-原子荧光法。

本标准适用于农田灌溉水中汞含量的测定。

当取样量为 100  $\mu\text{L}$  时,本标准方法的检出限为 0.03  $\mu\text{g/L}$ ,定量限为 0.1  $\mu\text{g/L}$ 。

## 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/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

HJ 494 水质 采样技术指导

## 3 原理

灌溉水样品中的汞经干燥、氧化分解及催化热解后,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 规定的二级水。

4.1 重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )。

4.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。

4.3 盐酸( $\text{HCl}$ )。

4.4 氯化汞( $\text{HgCl}_2$ ):在干燥器中充分干燥。

4.5 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。

4.6 汞标准储备液(100 mg/L):称取 0.135 4 g 氯化汞(4.4),用适量固定液(4.5)溶解后,再用固定液(4.5)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。

4.7 汞标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取 1.0 mL 汞标准储备液(4.6),用固定液(4.5)定容至 100 mL,摇匀,4℃冷藏。

4.8 汞标准使用液(10.0  $\mu\text{g/L}$ ):准确吸取 1.0 mL 汞标准中间液(4.7),用固定液(4.5)定容至 100 mL,摇匀。临用现配。

4.9 助燃气:氧气(纯度为 99.99%,V:V),或经净化后的空气。

4.10 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)。

## 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。

## 6 样品

### 6.1 样品采集

样品采集按照 HJ 494、HJ/T 91 或 HJ/T 164 的相关规定执行。

### 6.2 样品保存

按照 HJ 493 的相关规定,采样后应立即以每升水样中加入 10 mL 盐酸(4.3)的比例对水样中的汞进行固定。在室温阴凉处放置,可保存 14 d。

## 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(4.8),用固定液(4.5)逐级稀释成汞标准系列溶液,汞质量浓度分别为 0 μg/L、0.10 μg/L、0.50 μg/L、1.00 μg/L、2.00 μg/L、5.00 μg/L。由低浓度到高浓度顺次吸取 100 μL 汞标准系列溶液,按照 7.1 的要求进行测定,以各标准系列溶液中汞的质量(ng)为横坐标(依次为 0 ng、0.01 ng、0.05 ng、0.10 ng、0.20 ng、0.50 ng),以其原子荧光信号值为纵坐标,绘制汞标准曲线,其线性相关系数( $r$ ) $\geq 0.995$ 。

### 7.3 测定

在进样舟中准确吸取不少于 100 μL 试样,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含量。若测定结果超出标准曲线范围上限,应减少进样量或对试样进行稀释,或者重新制定线性范围更宽的标准曲线再进行测定。同时做试剂空白试验。

注: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

试样中汞的质量浓度  $\rho$ ,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ ),按式(1)计算。

$$\rho = (\rho_1 - \rho_0) \times f \times \frac{V_1 + V_2}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$  —— 试样中汞的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_1$  —— 根据标准曲线计算出试样中汞的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_0$  —— 根据标准曲线计算出试剂空白中汞的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$f$  —— 试样的稀释倍数;

$V_1$  —— 采样体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  —— 采样时向水样中加入盐酸的体积,单位为毫升(mL)。

### 8.2 结果表示

当汞的测定结果 $< 1.00 \mu\text{g/L}$ 时,保留到小数点后 2 位;当测定结果 $\geq 1.00 \mu\text{g/L}$ 时,保留 3 位有效数字。

## 9 精密度

每 20 个样品或每批次(少于 20 个样品/批)应分析一个平行样,平行样的精密度要求如下:当试样中

汞含量 $\leq 1.00 \mu\text{g/L}$ 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 $1.00 \mu\text{g/L} \sim 5.00 \mu\text{g/L}$ 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%;当样品汞含量在 $>5.00 \mu\text{g/L}$ 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15%。

## 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。

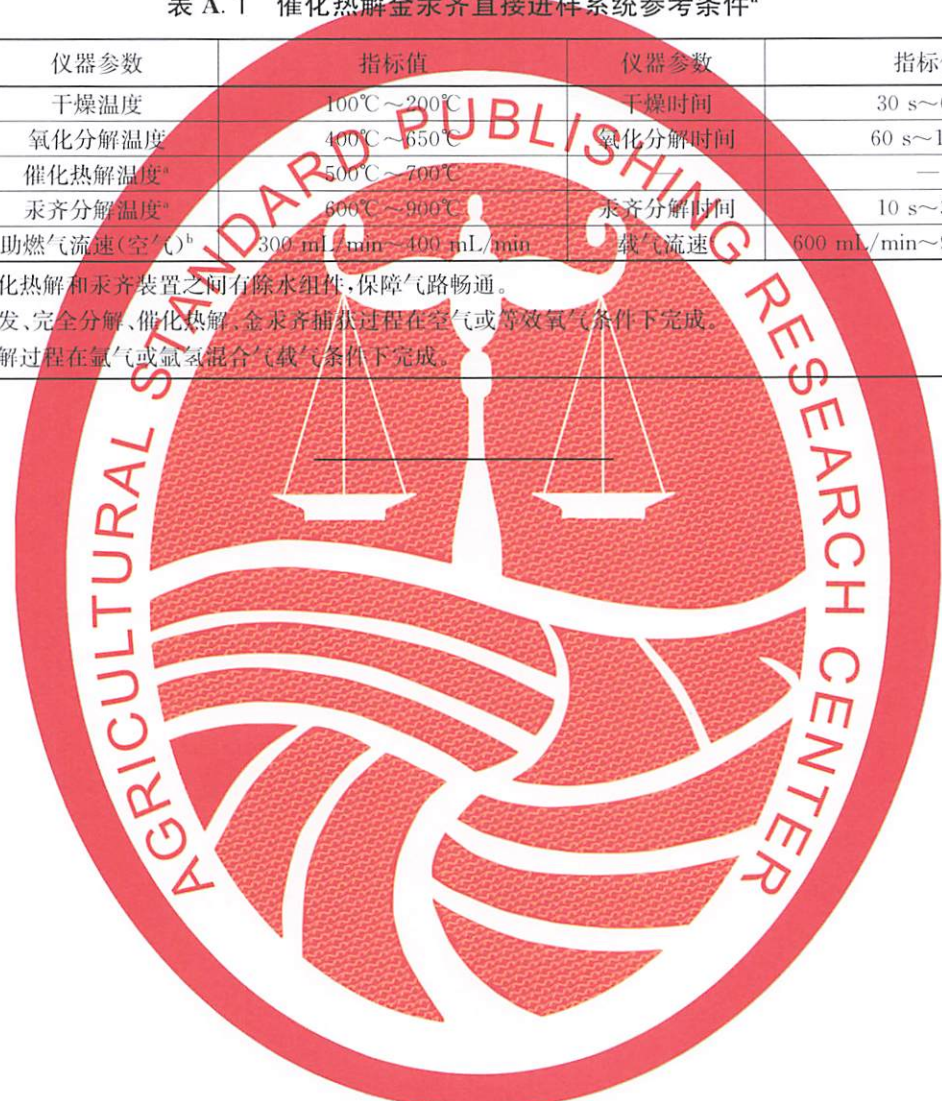
附录 A  
(资料性附录)

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<sup>a</sup>

步骤/条件	仪器参数	指标值	仪器参数	指标值
1	干燥温度	100℃~200℃	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 <sup>a</sup>	500℃~700℃		—
4	汞齐分解温度 <sup>a</sup>	800℃~900℃	汞齐分解时间	10 s~30 s
5	助燃气流速(空气) <sup>b</sup>	300 mL/min~400 mL/min	载气流速	600 mL/min~900 mL/min
<sup>a</sup> 应在催化热解和汞齐装置之间有除水组件,保障气路畅通。 <sup>b</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>c</sup> 汞齐分解过程在氩气或氩氢混合气载气条件下完成。				



中华人民共和国  
农业行业标准  
农田灌溉水中汞的测定  
催化热解-原子荧光法

NY/T 3789—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

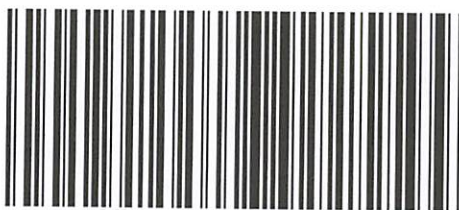
2021 年 3 月第 1 版 2021 年 3 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·8442

定价: 24.00 元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 59194261



NY/T 3789—2020