

## 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(KBH<sub>4</sub>)—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(KBH<sub>4</sub>, 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(K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, 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(K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, 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(HgCl<sub>2</sub>, 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)

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);

$\rho$  ——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  $\mu\text{g}$  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。

