

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4434—2023

土壤调理剂中汞的测定 催化热解—
金汞齐富集原子吸收光谱法

Determination of mercury in soil conditioner—Catalytic pyrolysis gold
amalgamation preconcentration atomic absorption spectrometry

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部科技教育司提出。

本文件由农业农村部农业资源环境标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所、长沙开元弘盛科技有限公司、江苏华测品标检测认证技术有限公司、云南省农业科学院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、华中师范大学、广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)、农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心。

本文件主要起草人：毛雪飞、王旭、穆莉、李雪、冯礼、文典、米艳华、张海华、郭彦炳、郭鹏然、陈璐、贾鸿宇、柴玮玮、常国良、刘腾鹏、雷雅杰。



土壤调理剂中汞的测定 催化热解-金汞齐富集原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了土壤调理剂中汞含量的催化热解-金汞齐富集原子吸收光谱测定方法。

本文件适用于土壤调理剂中汞含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 6274 肥料和土壤调理剂 术语

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 3034 土壤调理剂 通用要求

3 术语和定义

GB/T 6274 和 NY/T 3034 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

土壤调理剂 soil conditioner

加入障碍土壤中以改善土壤物理、化学和/或生物性状的物料,适用于改良土壤结构、降低土壤盐碱危害、调节土壤酸碱度、改善土壤水分状况或修复污染土壤等。按照原料的类型,土壤调理剂可以分为无机类、天然有机类、合成有机类、混合类等。

[来源:NY/T 3034—2016,3.1,有修改]

4 原理

试样中的汞经电热蒸发及催化热解被还原成汞原子,用金汞齐富集后再释放进入原子吸收光谱检测单元,检测汞在 253.7 nm 波长条件下的吸光度值,外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。实验室用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.2 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$,CAS号:7778-50-9)。

5.3 硝酸(HNO_3 ,CAS号:7697-37-2); $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

5.4 固定液(0.05%重铬酸钾+5%硝酸):将 0.5 g 重铬酸钾(5.2)溶于 950 mL 水中,再加 50 mL 硝酸(5.3),混匀备用。

5.5 汞标准储备液(1 000 mg/L):经国家认证并授予证书的标准物质。

5.6 汞标准中间液(10.0 mg/L):准确吸取 1.00 mL 汞标准储备液(5.5)至 100 mL 容量瓶,用固定液(5.4)定容,4℃冷藏可存放 1 年。

5.7 汞标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取 10.00 mL 汞标准中间液(5.6)至 100 mL 容量瓶,用固定液(5.4)定容,4℃冷藏可存放 100 d。

5.8 工作气体:氧气,纯度不低于 99.99%(V:V),或洁净空气。

6 仪器和设备

6.1 直接进样测汞仪:由直接进样单元和检测单元两部分构成。直接进样单元具有电热蒸发器、催化热解炉和金汞齐富集装置,配备镍或石英等材质进样舟;检测单元为原子吸收光谱仪,配备汞空心阴极灯和光电倍增管。

6.2 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.01 g。

7 试样制备

固体样品经混匀缩分后,取出约 100 g,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 孔径筛),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品摇匀后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中,封盖。

8 试验步骤

8.1 测试条件

直接进样单元运行参考条件见附录 A 的要求;按照仪器说明书的要求,调试好原子吸收光谱检测单元的运行条件。每次测定前应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,宜选用仪器自带的高温净化程序。

8.2 校准曲线

8.2.1 标准系列工作溶液的配制

8.2.1.1 低浓度标准系列工作溶液

准确吸取汞标准中间液(1.00 mg/L)(5.7)0 mL、0.05 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL,用固定液(5.4)分别定容至 10 mL,制成质量浓度分别为 0 mg/L、0.005 mg/L、0.020 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L、0.200 mg/L 的汞标准系列工作溶液。进样 100 μL 时,汞的质量分别为 0 ng、0.5 ng、2.0 ng、5.0 ng、10.0 ng、20.0 ng。

8.2.1.2 高浓度标准系列工作溶液

准确吸取汞标准中间液(10.0 mg/L)(5.6)0 mL、0.10 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL,用固定液(5.4)分别定容至 10 mL,制成质量浓度分别为 0 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L 的汞标准系列工作溶液。进样 100 μL 时,汞的质量分别为 0 ng、10.0 ng、50.0 ng、200.0 ng、500.0 ng、1 000.0 ng。

8.2.2 校准曲线的建立

由低浓度到高浓度顺次对汞标准系列工作溶液进行测定,以各标准系列工作溶液中汞的质量(ng)为横坐标,以其吸光度值为纵坐标,绘制汞校准曲线,一次或二次曲线的线性相关系数(r) ≥ 0.995 。

注:根据试样含量可选择建立不同浓度范围的校准曲线。

8.3 测定

在进样舟中准确称取不少于 0.05 g 试样(液体称样前应充分摇匀),按照 8.1 的要求进行测定,获得相应的吸光度值,通过校准曲线计算汞的质量。若测定结果超出校准曲线范围上限,可减少进样量(液体试样可适当稀释),或者重新制定线性范围更宽的校准曲线再进行测定。

9 试验数据处理

试样中汞的含量 ω ,以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{m_1}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——根据校准曲线计算出试样中汞质量的数值,单位为纳克(ng);

m ——称取试样质量的数值,单位为克(g);

1 000 ——单位换算系数。

当测定结果大于或等于 0.100 mg/kg 时,保留 3 位有效数字;当测定结果小于 0.100 mg/kg 时,保留至小数点后第 3 位。

10 精密度

每 20 个样品或每批次(少于 20 个样品/批时)应测定至少 1 个平行样,平行样品测定结果的精密度应符合表 1 的要求。

表 1 方法的精密度要求

序号	试样中汞元素的含量	在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值
1	$\omega > 1.00 \text{ mg/kg}$	$\leq 20\%$
2	$0.100 \text{ mg/kg} < \omega \leq 1.00 \text{ mg/kg}$	$\leq 30\%$
3	$0.010 \text{ mg/kg} < \omega \leq 0.100 \text{ mg/kg}$	$\leq 40\%$
4	$\omega \leq 0.010 \text{ mg/kg}$	$\leq 50\%$

11 检出限和定量限

当进样量为 0.1 g 时,本方法的检出限为 0.001 mg/kg,定量限为 0.003 mg/kg。

12 环境与安全要求

- 12.1 含汞废气应有收集系统,严禁直接排入实验室和大气环境。
- 12.2 对于实验过程中使用的氧气等危险工作气体,应注意检查气体钢瓶或发生器没有气体泄漏。
- 12.3 当测定含有易燃易爆成分的样品时,可与适量惰性分散介质(氧化镁或等效物质)混匀处理。

附 录 A

(资料性)

直接进样单元运行参考条件

直接进样单元运行参考条件见表 A.1。

表 A.1 直接进样单元运行参考条件

步骤	仪器参数	指标值	备注
1	灰化温度,℃	200~300	
	灰化时间,s	30~70	
2	完全分解温度,℃	650~800	
	完全分解时间,s	60~180	
3	催化热解温度,℃	550~950	
4	金汞齐分解温度,℃	600~1 000	
	金汞齐分解时间,s	12~60	
5	氧气流速,mL/min	200~350	空气替代氧气时,按氧气流速折算,或以实际检测效果为准