

团体标准

T/ NAIA×××-××××

植物干样中汞的测定 水浴热浸提—原子 荧光光谱法

Determination of mercury in dry plant by water bath hot extraction and
atomic fluorescence spectrometry

××××-××-××发布

××××-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏农林科学院农作物研究所、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：李彩虹、开建荣、赵子丹、王彩艳、王永宏、赵健、赵如浪、张文杰、蔡启明、葛谦、张静、闫玥、王芳、张艳、杨春霞、牛艳、吴燕、王晓菁、张小飞。

本文件为首次发布。

植物干样中汞的测定 水浴热浸提—原子荧光光谱法

1 范围

本文件规定了植物干样中汞的水浴热浸提—原子荧光光谱测定方法。

本文件适用于植物干样中汞的水浴热浸提—原子荧光光谱法测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

采用硝酸盐酸混合试剂在沸水浴中加热消解植物干样，在酸性介质中，用硼氢化钾(KBH₄)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，在由高能态回到基态时，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。

4 试剂与材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 硝酸(HNO₃)。

4.1.2 盐酸(HCL)。

4.1.3 氢氧化钾(KOH)。

4.1.4 硼氢化钾(KBH₄): 分析纯。

4.2 试剂配制

4.2.1 硝酸—盐酸混合试剂〔(1+1)王水〕: 取 1 份硝酸(4.1.1)与 3 份盐酸(4.1.2)混合，然后用水稀释 1 倍。

4.2.2 氢氧化钾溶液(5 g/L): 称取 5.0 g 氢氧化钾，水溶解并定容至 1000 mL，混匀。

4.2.3 硼氢化钾溶液(5 g/L): 称取 5.0 g 硼氢化钾，用 5g/L 的氢氧化钾溶液溶解并定容至 1000 mL，混匀。现用现配。

4.2.4 硝酸溶液(1+99): 量取 10 mL 硝酸，缓缓倒入放有少量水的 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

4.2.4 硝酸溶液（5+95）：量取 50 mL 硝酸，缓缓倒入放有少量水的 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

4.3 标准品

汞元素标准品，经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

4.4 标准溶液的配制

4.4.1 汞标准储备液（1000 mg/L）：购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

4.4.2 汞标准中间液（10.0 mg/L）：吸取 1.00 mL 汞标准储备液（1000 mg/L）于 100.0 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（5+95）稀释至刻度，混匀。此溶液浓度为 10.0 mg/L。如此再稀释一次得到 100 µg/L 汞的标准使用液。

5 仪器与设备

5.1 原子荧光光度计。

5.2 汞空心阴极灯。

5.3 电子天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.4 水浴锅。

5.5 离心机：4000 r/min。

5.6 涡旋混合器。

5.7 离心管：50 mL，塑料。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

植物样品经晾晒或低温烘干，粉碎均匀后，装入洁净的聚乙烯瓶中，标记，密封保存备用。

6.2 试样浸提

称取试样 0.3- 0.5 g（精确至 0.0001 g）于 50.0 mL 比色管中，加入少量水浸润，再加入硝酸-盐酸混合试剂 10 mL，加塞后摇匀，置于沸水浴加热 1.5 h，取出冷却后用水定容至刻度，混匀后完全转移至 50.0 mL 离心管中，将离心管置于高速离心机中离心，取上清液待测。同时做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

负高压：260 V；汞空心阴极灯电流：20 mA-30 mA；载气：氩气；载气流速：400 mL/min；屏蔽器流速：800 mL/min；测量方式：荧光强度；读数方式：峰面积。

以硝酸溶液（1+99）作载流，5 g/L 氢氧化钾和 5 g/L 硼氢化钾溶液作还原剂，上机测定。

6.3.2 标准曲线的制作

分别吸取 100 μg/L 汞标准使用液 0.00 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、1.0 mL、1.5 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（5+95）稀释至刻度，混匀，各自相当于汞浓度为 0.00 μg/L、0.1 μg/L、0.4 μg/L、0.6 μg/L、1.0 μg/L、1.5 μg/L。

标准系列溶液应是不少于 5 个点的不同浓度的汞标准溶液，如果有自动进样装置，可直接配制工作曲线最大点，设置稀释程序来配制标准系列。

6.3.3 试样溶液的测定

设置好仪器最佳条件，连续用硝酸溶液（1+99）进样，待标准空白读数稳定后，转入标准系列测量，绘制标准曲线。转入试样测量，限用硝酸溶液（1+99）进样，待读数稳定后，再分别测定试样空白和试样消化液。试样测定结果按式（1）计算。

6.4 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

7 结果计算和表达

试样中的汞含量 X 按式（1）计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中汞的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——测定样液中汞含量，单位为微克每升（μg/L）；

c_0 ——空白液中汞含量，单位微克每升（μg/L）；

V ——试样消化液定容总体积，单位为毫升（mL）；

1000 ——换算系数；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

测定结果保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 20%。

9 其他

当称样量为 0.5g，定容体积为 50.0mL，方法的检出限为 0.003mg/kg，方法的定量限为 0.010 mg/kg。
