

生态地球化学评价动植物样品分析方法  
第3部分：总汞的测定  
冷原子荧光光谱法

Analytic methods for biologic samples in eco-geochemistry assessment—  
Part 3: Determination of total mercury content—  
Cold atomic fluorescent spectrophotometry

中华人民共和国地质矿产  
行业标准  
生态地球化学评价动植物样品分析方法  
第3部分：总汞的测定  
冷原子荧光光谱法  
DZ/T 0253.3—2014

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2014年6月第一版 2014年6月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-27117 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



DZ/T 0253.3—2014

2014-04-15 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国国土资源部 发布

## 10 正确度

按 GB/T 6379.4 规定的方法,选择 6 个不同类型、不同含量范围的动植物试样,在 11 个实验室进行了方法正确度试验,得到的方法正确度数据见表 2。

表 2 动植物样品中汞含量:重复性与再现性标准差及测量方法偏倚的估计 单位为 ng/g

统计参数	水平					
	1	2	3	4	5	6
可接受实验室数( $p$ )	10	11	11	10	11	10
重复性标准差( $S_r$ )	0.36	0.29	1.85	0.27	0.99	1.66
再现性标准差( $S_R$ )	1.00	1.27	6.87	0.80	1.41	6.98
总平均值( $\bar{y}$ )	3.3	3.1	55.2	7.0	14.7	46.3
标样值( $\mu$ )	2.8	3 <sup>a</sup>	49	8.1	12 <sup>a</sup>	45
测量方法偏倚( $\delta$ )	0.5	0.1	6.2	-1.1	2.7	1.3
$\delta-ASR^b$	-0.1	-0.6	2.2	-1.5	2.1	-2.9
$\delta+ASR$	1.1	0.9	10.1	-0.6	3.4	5.6

<sup>a</sup> 给出的是标准物质参考值。  
<sup>b</sup> ASR 为测量方法的偏倚的 95% 的置信区间。

## 11 质量保证与控制

分析测试过程中,应同时采用标准物质、空白试验和重复分析等方法进行质量保证与控制。

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂 .....	1
5 仪器和设备 .....	2
6 试样 .....	2
7 分析步骤 .....	2
8 结果计算 .....	3
9 精密度 .....	3
10 正确度 .....	4
11 质量保证与控制 .....	4
附录 A(资料性附录) 仪器参考工作条件 .....	5

**警示——易爆品,小心操作!**

4.5 硼氢化钾-氢氧化钾溶液。称取 2.5 g 氢氧化钾溶于 500 mL 水中,加 0.5 g 硼氢化钾溶解,加入 1 mL 正辛醇或磷酸三丁酯,搅拌均匀,用时现配。

注:正辛醇或磷酸三丁酯为消泡剂。

4.6 重铬酸钾溶液 $[\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=50\text{ g/L}]$ 。称取 5 g 重铬酸钾,用水溶解后并稀释至 100 mL,摇匀。

4.7 汞标准溶液:

- 汞标准储备溶液 $[\rho(\text{Hg})=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}]$ 。准确称取 135.35 mg 纯度为 $w(\text{HgCl}_2)=99.95\%$ 的(事先应在室温下的干燥器中干燥过夜)氯化汞,置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.2),低温加热至溶解完全。取下,冷却后,移入已含有 90 mL 硝酸(4.1)及 10 mL 重铬酸钾溶液(4.6)的 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- 汞标准溶液 $[\rho(\text{Hg})=10.0\text{ }\mu\text{g/mL}]$ 。分取 10.00 mL 汞标准储备液[a)],移入已含有 20 mL 硝酸(4.2)及 1 mL 重铬酸钾(4.6)的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- 汞标准溶液 $[\rho(\text{Hg})=100.0\text{ ng/mL}]$ 。分取 1.00 mL 汞标准溶液[b)],移入已含有 20 mL 硝酸(4.2)及 1 mL 重铬酸钾(4.6)的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- 汞标准溶液 $[\rho(\text{Hg})=10.0\text{ ng/mL}]$ 。分取 10.00 mL 汞标准溶液[c)],移入已含有 20 mL 硝酸(4.2)的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,现用现配。

**5 仪器和设备**

- 分析天平:三级,感量 0.1 mg。
- 原子荧光光谱仪,附特制汞灯。
- 微波消解仪附微波消解仪专用消解罐(XP1500)。
- 温控式电热板:最高温度为 250 °C。
- 排气式移液器:规格分别为 10  $\mu\text{L}$ ~100  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ ~1 000  $\mu\text{L}$ 、1 mL~5 mL。

**6 试样**

有关试样的采集和制备参见 DZ/T 0253.1—2014 中附录 B。

**7 分析步骤****7.1 试料**

根据试料中总汞含量高低,称取固体、半固体均匀试料 0.2 g~1.0 g(按干样计算,最大取样量不超过 1 g,精确至 0.1 mg);吸取液体试料 0.5 mL~3.0 mL(精确至 1  $\mu\text{L}$ )。

**7.2 空白实验**

随同试料进行双份空白试验,所用试剂须取自同一瓶,加入同等的量。

**7.3 验证实验**

随同试料分析同类型,含量相近的标准物质,如没有合适的标准物质应采用加标回收方法。

**7.4 试料分解**

将试料置于专用微波消解罐(5.3)中,加 2 mL~5 mL 硝酸(4.1),盖上内盖,放置于 50 °C 电热板(5.4)上,加热 3 h~4 h,加 1 mL~2 mL 过氧化氢(4.3),用 2 mL~4 mL 水(湿样少加或不加水)冲洗罐

**前 言**

DZ/T 0253.3—2014《生态地球化学评价动植物样品分析方法》分为 4 个部分:

——第 1 部分:锂、硼、砷等 19 个元素量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法;

——第 2 部分:硒量的测定 原子荧光光谱法;

——第 3 部分:总汞的测定 冷原子荧光光谱法;

——第 4 部分:氟量的测定 扩散-分光光度法。

本部分为 DZ/T 0253 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草人:孙德忠、范凡、马生凤、王苏明、许春雪、安子怡。