

土壤

环境监测

技术要点分析

(第二辑)

TURANG HUANJING JIANCE
JISHU YAODIAN FENXI (DIERJI)

SOIL

中国环境监测总站 编

土壤 环境监测 技术要点分析

(第二辑)

TURANG HUANJING JIANCE
JISHU YAODIAN FENXI (DIERJI)

SOIL

中国环境监测总站 编

图书在版编目 (CIP) 数据

土壤环境监测技术要点分析. 第二辑 / 中国环境监测总站编.
—北京: 中国环境出版集团, 2018. 12
ISBN 978-7-5111-3885-9

I. ①土… II. ①中… III. ①土壤环境—土壤监测—研究
IV. ① X833

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 300009 号

出版人 武德凯
责任编辑 赵惠芬
责任校对 任 丽
封面设计 彭 杉

出版发行 中国环境出版集团
(100062 北京市东城区广渠门内大街 16 号)
网 址: <http://www.cesp.com.cn>.
电子邮箱: bjgl@cesp.com.cn.
联系电话: 010-67112765 (编辑管理部)
010-67112736 (环境技术图书出版中心)
发行热线: 010-67125803, 010-67113405 (传真)

印 刷 北京中科印刷有限公司
经 销 各地新华书店
版 次 2018 年 12 月第 1 版
印 次 2018 年 12 月第 1 次印刷
开 本 787×960 1/16
印 张 30.75
字 数 430 千字
定 价 128.00 元

【版权所有。未经许可，请勿翻印、转载，侵权必究】
如有缺页、破损、倒装等印装质量问题，请寄回本集团更换。

中国环境出版集团郑重承诺：

中国环境出版集团合作的印刷单位、材料单位均具有中国环境标志产品认证；
中国环境出版集团所有图书“禁塑”。

编委会 成员

主 编 王业耀

副主编 夏 新 田志仁 姜晓旭

编 委 封 雪 杨 楠 于 勇 李宗超

陆泗进 赵晓军

参加编写人员

第一篇 前处理

负责人 姜晓旭 陆泗进

主要编写 姜晓旭 于 勇 于 雯 吴 昊

编 写 (以姓氏笔画为序)

马可婧 李宗超 赵晓军 姚常浩 倪晓坤 黎玉清

审 核 于 勇 姜晓旭

汇 稿 李宗超 李 好

审 定 杨 楠 姜晓旭

第二篇 理化性质测定

负责人 田志仁 封 雪

主要编写 田志仁 于晓晴 夏 新 封 雪 张 艳

编 写 (以姓氏笔画为序)

于 勇 王俊伟 东 明 刘 蓉 孙文静 吴庆梅

金 辉 姜晓旭 洪 欣 倪晓坤 蒋 月 谢振伟

审 核 谢振伟 田志仁 洪 欣 吴庆梅

汇 稿 蒋 月 倪晓坤

审 定 夏 新 田志仁

第三篇 无机元素和化合物测定

负责人 田志仁 刘 蓉

主要编写 刘 蓉 田志仁 吴庆梅 张 艳 杜治舜

编 写 (以姓氏笔画为序)

王俊伟 乌云图雅 东 明 孙文静 李 好 李宗超

杨 楠 封 雪 姜晓旭 洪 欣 谢振伟

审 核 洪 欣 田志仁 杜治舜 吴庆梅 王俊伟

汇 稿 封 雪 徐伊莎

审 定 夏 新 田志仁

第四篇 有机项目测定

负责人 姜晓旭 吴 昊

主要编写 贺小敏 吴 昊 田志仁 邹家素 谢振伟

于 雯 姜晓旭

编 写 (以姓氏笔画为序)

马可婧 王 婷 王英英 李元宜 杨丽莉 何书海

张 渝 张晓龄 封 雪 赵 峥 姚常浩 倪晓坤

郭 丽 黎玉清

审 核 田志仁 吴 昊 于 雯 施敏芳 黎玉清

汇 稿 杨 楠 李元宜

审 定 田志仁 夏 新

前 言



2016年国务院公布了《土壤污染防治行动计划》，明确要求建设国家土壤环境质量监测网络，形成土壤环境监测能力，并定期开展土壤环境质量监测。

为规范土壤环境监测技术，保证数据质量和可比性，根据《土壤环境质量标准》（GB 15618—1995）监测项目及相关要求，中国环境监测总站组织全国15个省级和2个地市级环境监测机构等单位，在总结多年土壤环境监测工作经验和网络建设实践的基础上，梳理和总结了点位布设、样品采集和制备的技术要点，并就4个理化指标、8个重金属元素和两类有机物测试项目的14个标准方法文本进行技术分析，在不改变标准方法原文的条件下，以标注的方式对监测过程中的关键性内容进行了全面解读。

本书可供土壤环境监测人员和质量管理人员在监测工作中参照使用，也可供其他土壤环境监测技术人员阅读参考。

由于时间匆忙和水平有限，书中有疏漏和不当之处在所难免，恳请读者批评指正。

第二辑说明



《土壤环境监测技术要点分析》由中国环境出版集团于 2017 年出版，在国家土壤环境监测工作中起到了有力的技术指导作用，在土壤环境监测界获得了良好的反响。

结合近两年的实际监测工作经验和土壤环境监测业务发展需要，中国环境监测总站组织全国 18 个省级和 4 个地市级环境监测机构的技术人员编写了《土壤环境监测技术要点分析（第二辑）》。本书主要内容包括 5 个理化指标、7 个无机物和 13 个（类）有机物共 25 个标准方法的技术和质量控制要点分析，涉及的测试项目包括 pH、阳离子交换量、铍元素、氟化物、氰化物、挥发性有机物、酚类、多氯联苯和二噁英等。全书共四篇十一章，在不改变标准方法原文的条件下，以标注的方式对监测过程中的关键性内容进行了全面解读。

本书可供土壤环境监测技术和质量管理人员在监测工作中参照使用，也可供其他土壤环境监测人员阅读参考。

由于编者的水平和经验有限，书中有疏漏和不当之处在所难免，敬请同行专家和广大读者批评指正。

编 者

2018年11月于北京

目 录

第一篇 前处理 / 1

《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》(HJ 783—2016) 技术和质量控制要点 / 3

第二篇 理化性质测定 / 17

第一章 pH 测定 / 19

《森林土壤 pH 值的测定》(LY/T 1239—1999) 技术和质量控制要点 / 19

《土壤 pH 值的测定》(NY/T 1377—2007) 技术和质量控制要点 / 26

《土壤元素的近代分析方法》pH 的测定技术和质量控制要点 / 33

第二章 阳离子交换量测定 / 39

《土壤 阳离子交换量的测定 三氯化六氨合钴浸提 - 分光光度法》(HJ 889—2017) 技术和质量控制要点 / 39

第三篇 无机元素和化合物含量测定 / 47

第一章 火焰原子吸收法 / 49

铅、镉的测定《土壤质量 铅、镉的测定 KI-MIBK 萃取火焰原子吸收

分光光度法》(GB/T 17140—1997)技术和质量控制要点 / 49

第二章 石墨炉原子吸收法 / 62

铍的测定《土壤和沉积物 铍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ 737—2015)技术和质量控制要点 / 62

第三章 原子荧光法 / 78

总铅的测定《土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法第3部分:土壤中总铅的测定》(GB/T 22105.3—2008)技术和质量控制要点 / 78

第四章 分光光度法 / 89

总汞的测定《土壤质量 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法》(GB/T 17136—1997)技术和质量控制要点 / 89

总汞的测定《土壤和沉积物 总汞的测定 催化热解-冷原子吸收分光光度法》(HJ 923—2017)技术和质量控制要点 / 105

氰化物和总氰化物的测定《土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法》(HJ 745—2015)技术和质量控制要点 / 116

第五章 离子选择法 / 133

氟化物的测定《土壤质量 氟化物的测定 离子选择电极法》(GB/T 22104—2008)技术和质量控制要点 / 133

第六章 X射线荧光光谱法 / 141

无机元素的测定《土壤和沉积物 无机元素的测定 波长色散X射线荧光光谱法》(HJ 780—2015)技术和质量控制要点 / 141

第四篇 有机项目测定 / 163

第一章 气相色谱法 / 165

有机磷农药的测定《水、土中有机磷农药测定的气相色谱法》(GB/T 14552—2003)技术和质量控制要点 / 165

挥发性芳香烃的测定《土壤和沉积物 挥发性芳香烃的测定 顶空/气

相色谱法》(HJ 742—2015)技术和质量控制要点 / 183

挥发性有机物的测定《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱法》(HJ 741—2015)技术和质量控制要点 / 202

酚类化合物的测定《土壤和沉积物 酚类化合物的测定 气相色谱法》(HJ 703—2014)技术和质量控制要点 / 226

丙烯醛、丙烯腈、乙腈的测定《土壤和沉积物 丙烯醛、丙烯腈、乙腈的测定 顶空-气相色谱法》(HJ 679—2013)技术和质量控制要点 / 244

第二章 GC-MS 法 / 260

挥发性卤代烃的测定《土壤和沉积物 挥发性卤代烃的测定 顶空气相色谱质谱法》(HJ 736—2015)技术和质量控制要点 / 260

挥发性卤代烃的测定《土壤和沉积物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ 735—2015)技术和质量控制要点 / 284

挥发性有机物的测定《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法》(HJ 642—2013)技术和质量控制技术要点 / 308

挥发性有机物的测定《土壤和沉积物 挥发性有机物的测定 吹扫捕集气相色谱-质谱法》(HJ 605—2011)技术和质量控制要点 / 333

多氯联苯的测定《土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 743—2015)技术和质量控制要点 / 368

二噁英类的测定《土壤和沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法》(HJ 77.4—2008)技术和质量控制要点 / 396

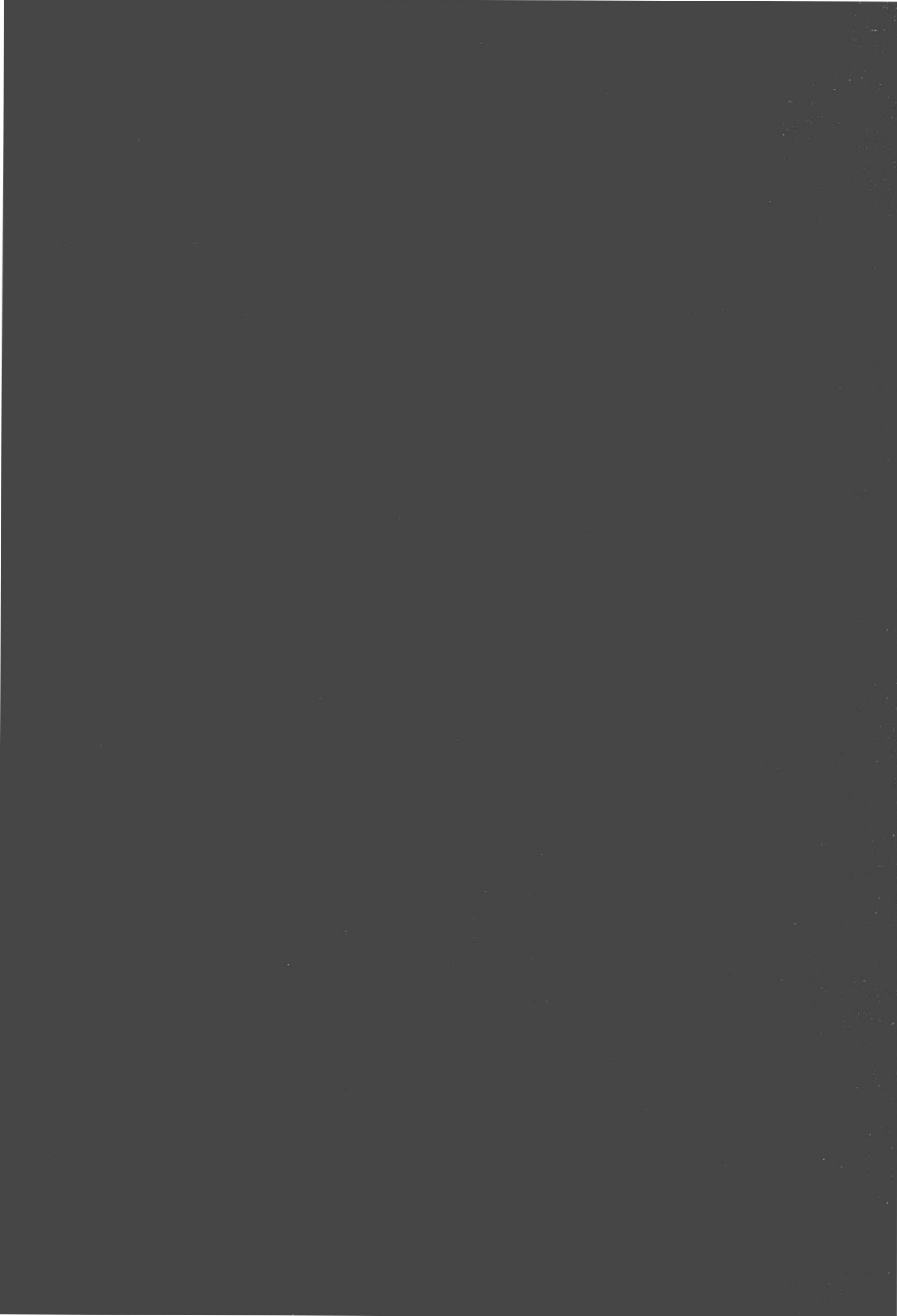
二噁英类的测定《土壤、沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-低分辨质谱法》(HJ 650—2013)技术和质量控制要点 / 442

参加本书编写的单位及人员 / 476

第一篇



前处理



《土壤和沉积物 有机物的提取 加压流体萃取法》 (HJ 783—2016) 技术和质量控制要点

(一) 概述

加压流体萃取, 又称快速溶剂萃取 (ASE) 或加速溶剂萃取, 是一种快速提取土壤、沉积物和固体废物中半挥发性或不挥发性有机污染物的前处理方式。该方法的基本原理是在高温 (50~200℃) 和高压 (1 000~3 000 psi 或 10.3~20.6 MPa) 的条件下, 用有机溶剂萃取样品中的目标物质。

对于固体样品的预处理, 比较常见的方法主要有传统的索氏提取法和超声萃取法, 还有后来出现的微波萃取法、超临界流体萃取法和加压流体萃取法。几种萃取方式中, 除加压流体萃取法以外的几种萃取方法或多或少地存在萃取时间长、溶剂用量多、操作步骤烦琐以及不易实现自动化等缺点。

加压流体萃取很好地克服了上述诸多缺点, 在高温条件下溶剂黏度降低, 溶剂进入样品基体的阻力减小, 随温度的逐渐升高, 溶剂在基体中扩散系数逐渐增大; 同时高温条件下, 样品基体中的“水封微孔”也能得到更好的释放, 有利于溶剂与萃取物更充分地接触。而高压条件下, 易挥发的有机溶剂的沸点升高, 能在高温条件下保持液体状态, 进而大大提高了待测物在溶剂中的溶解度。另外, 由于加压流体萃取的萃取效率高, 萃取时间短, 待测物在高温条件下的热降解率很低, 这也保证了该方法的可靠性。

（二）标准方法解读

警告：实验中所使用的有机溶剂及标准物质均含有毒化合物，使用过程中应在通风橱中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了提取土壤和沉积物中有机物的加压流体萃取法。

本标准适用于土壤和沉积物中有机磷农药、有机氯农药、氯代除草剂、多环芳烃、邻苯二甲酸酯、多氯联苯等半挥发性有机物和不挥发性有机物的提取，详见附录 A。若通过验证，本标准也可适用于土壤和沉积物中其他有机物的提取。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明引用日期的文件，其有效版本适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

将处理后的土壤或沉积物样品加入密闭容器中，选择合适的有机溶剂，在加压、加热条件下，处于液态的有机溶剂与土壤或沉积物样品充分接触，将土壤或沉积物中的有机物提取到有机溶剂中。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂。实验用水为新制备的不含有机物的超纯水或蒸馏水。