

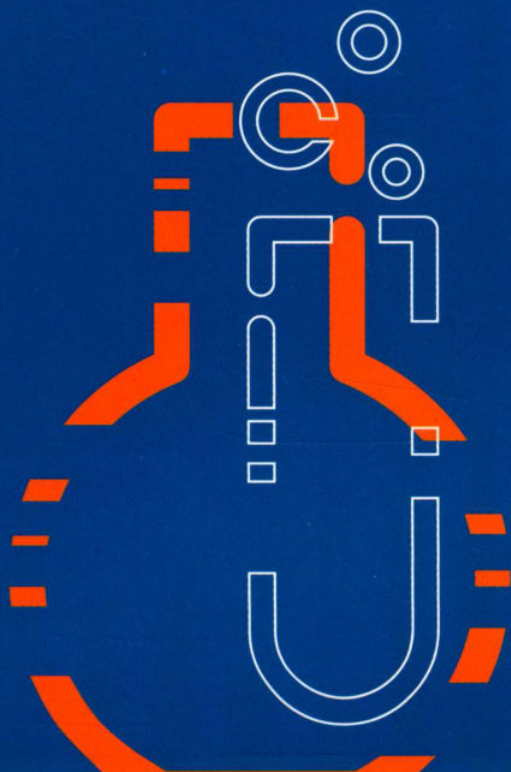
SOIL

ENVIRONMENTAL MONITORING

土壤环境监测 前沿分析测试方法研究

中国环境监测总站 编著

中国环境出版集团



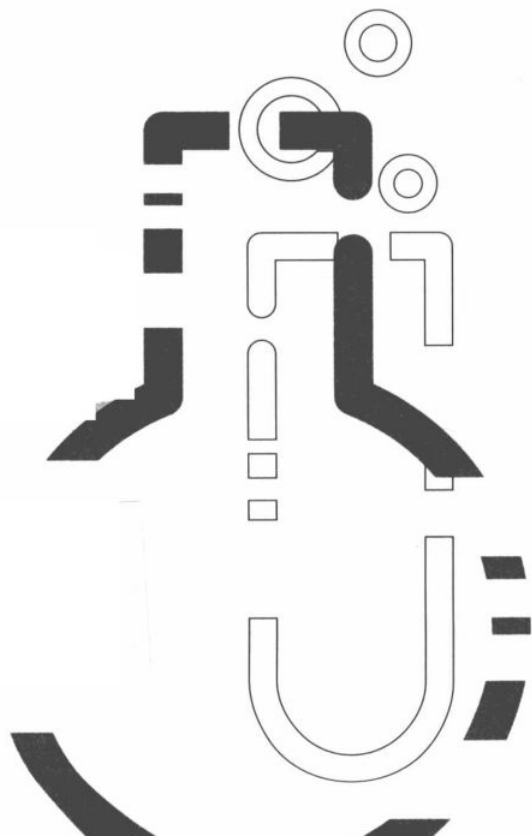
SOIL

ENVIRONMENTAL MONITORING

土壤环境监测 前沿分析测试方法研究

中国环境监测总站 编著

中国环境出版集团·北京



图书在版编目 (CIP) 数据

土壤环境监测前沿分析测试方法研究 / 中国环境监测总站编著.
—北京: 中国环境出版集团, 2018.12
ISBN 978-7-5111-3876-7

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

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 296834 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 (第五分社)
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 22.75
字 数 314 千字
定 价 98.00 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 姜晓旭 杨 楠 田志仁

编 委：

贺小敏 吴宇峰 朱日龙 孙 静

封 雪 于 勇 陆泗进 李宗超

参加编写人员

第一篇 土壤有机物前沿分析测试方法研究

负责人：姜晓旭 田志仁 夏新

《土壤和沉积物 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》

编写人员

主要编写人员：贺小敏

参与编写人员：吴昊 刘彬 吕国安 李爱民 姜晓旭 田志仁

审核：王艳丽 王效国 孙静 沈冬君

《土壤和沉积物 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》

编写人员

主要编写人员：吴宇峰 王艳丽

参与编写人员：李利荣 张肇元 王效国 姜晓旭 田志仁 夏新

审核：孙静 沈冬君 丁紫荣 刘旺

《土壤和沉积物 甲基叔丁基醚的测定 吹扫捕集 / 气相色谱 - 质谱法》

编写人员

主要编写人员: 朱明吉

参与编写人员: 孙 静 郭志顺 蹇 川 张 芹 郑 璇 邹家素
沈冬君 夏 新

审 核: 姜晓旭 田志仁 王艳丽 王效国 刘 旺 丁紫荣

《土壤和沉积物 地恩梯、梯恩梯、黑索金的测定 气相色谱法》

编写人员

主要编写人员: 张 芹

参与编写人员: 郭志顺 万 伟 蹇 川 朱明吉 郑 璇 邹家素
田志仁 夏 新

审 核: 姜晓旭 刘 旺 丁紫荣 王艳丽 王效国

第二篇 土壤无机元素前沿分析测试方法研究

负责人: 杨 楠 封 雪 于 勇

《土壤和沉积物 汞、砷、硒、锑、铋的测定 水浴 / 原子荧光分光光度法》

编写人员

负责人: 林海兰

编写人员: 朱日龙 成永霞 于 磊 朱瑞瑞 刘 沛 杨 楠

审 核: 贺小敏 范俊楠 刘 彬 杜治舜

《土壤和沉积物 4 种形态砷的测定 液相色谱 - 原子荧光法》

编写人员

负责人: 贺小敏

编写人员: 田文娟 李永蓉 杜 维 杨 楠 封 雪 于 勇

审 核: 林海兰 朱瑞瑞 刘 沛

《土壤和沉积物 4 种形态硒的测定 液相色谱 - 原子荧光法》

编写人员

负责人: 贺小敏

编写人员: 范俊楠 施敏芳 张胜花 封 雪 李宗超

审 核: 杨 楠 刘 沛 朱瑞瑞 林海兰

《土壤 锰的测定 火焰原子吸收分光光度法》

编写人员

负责人: 朱瑞瑞

编写人员: 朱日龙 于 磊 林海兰 刘 沛 封 雪 于 勇

审 核: 贺小敏 范俊楠 刘 彬

前 言



加强土壤环境保护是推进生态文明建设和维护国家生态安全的重要内容，2016年国务院印发的《土壤污染防治行动计划》中明确要求，建设国家土壤环境质量监测网络，提出完成土壤环境监测等技术规范制修订和形成土壤环境监测能力等工作任务。

环境监测分析方法是开展环境监测的技术基础，其科学性和可行性及其执行都是关乎监测数据准确可靠的重要因素。为更好地推动土壤环境监测前沿分析测试方法研究，支撑土壤环境监测分析新方法制修订工作，基本摸清几类分析测试方法开发的可行性和适用性，中国环境监测总站组织湖北省环境监测中心站、湖南省环境监测中心站、重庆市生态环境监测中心、天津市生态环境监测中心、生态环境部华南环境科学研究所、湖南大学共6家研究机构开展土壤环境监测前沿分析测试方法研究。

本书由“土壤有机物前沿分析测试方法研究”和“土壤元素前沿分析测试方法研究”两部分组成，其中“土壤有机物前沿分析测试方法研究”包括“土壤和沉积物 氯苯类化合物的测定 气相色谱法”“土壤和沉积物 硝基苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法”“土壤和沉积物 甲基叔丁基醚的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法”“土壤和沉积物 地恩梯、

梯恩梯、黑索金的测定 气相色谱法”四部分组成，“土壤无机元素前沿分析测试分析方法研究”包括“土壤和沉积物 汞、砷、硒、锑、铋的测定 水浴 / 原子荧光分光光度法”“土壤和沉积物 4 种形态砷的测定 液相色谱 - 原子荧光法”“土壤和沉积物 4 种形态硒的测定 液相色谱 - 原子荧光法”和“土壤 锰的测定 火焰原子吸收分光光度法”四部分，对八类技术条件成熟但尚未建立方法标准的分析测试技术进行了方法开发研究。

本书可供土壤监测人员和分析测试方法开发人员在监测工作过程中参照使用，也可供其他土壤环境监测技术人员参考。

由于时间匆忙和时间有限，书中疏漏和不当之处在所难免，恳请广大读者批评指正。

编 者

2018 年 11 月 11 日

目 录

第一篇 土壤有机物前沿分析测试方法研究 / 1

土壤和沉积物 氯苯类化合物的测定 气相色谱法 / 3

土壤和沉积物 硝基苯类化合物的测定

气相色谱 - 质谱法 / 58

土壤和沉积物 甲基叔丁基醚的测定 吹扫捕集 /

气相色谱 - 质谱法 / 141

土壤和沉积物 梯恩梯、地恩梯、黑索金的测定 气相色谱法 / 171

第二篇 土壤无机元素前沿分析测试方法研究 / 199

土壤和沉积物 汞、砷、硒、锑、铋的测定 水浴 /

原子荧光分光光度法 / 201

土壤和沉积物 4种形态砷的测定 液相色谱 - 原子荧光法 / 234

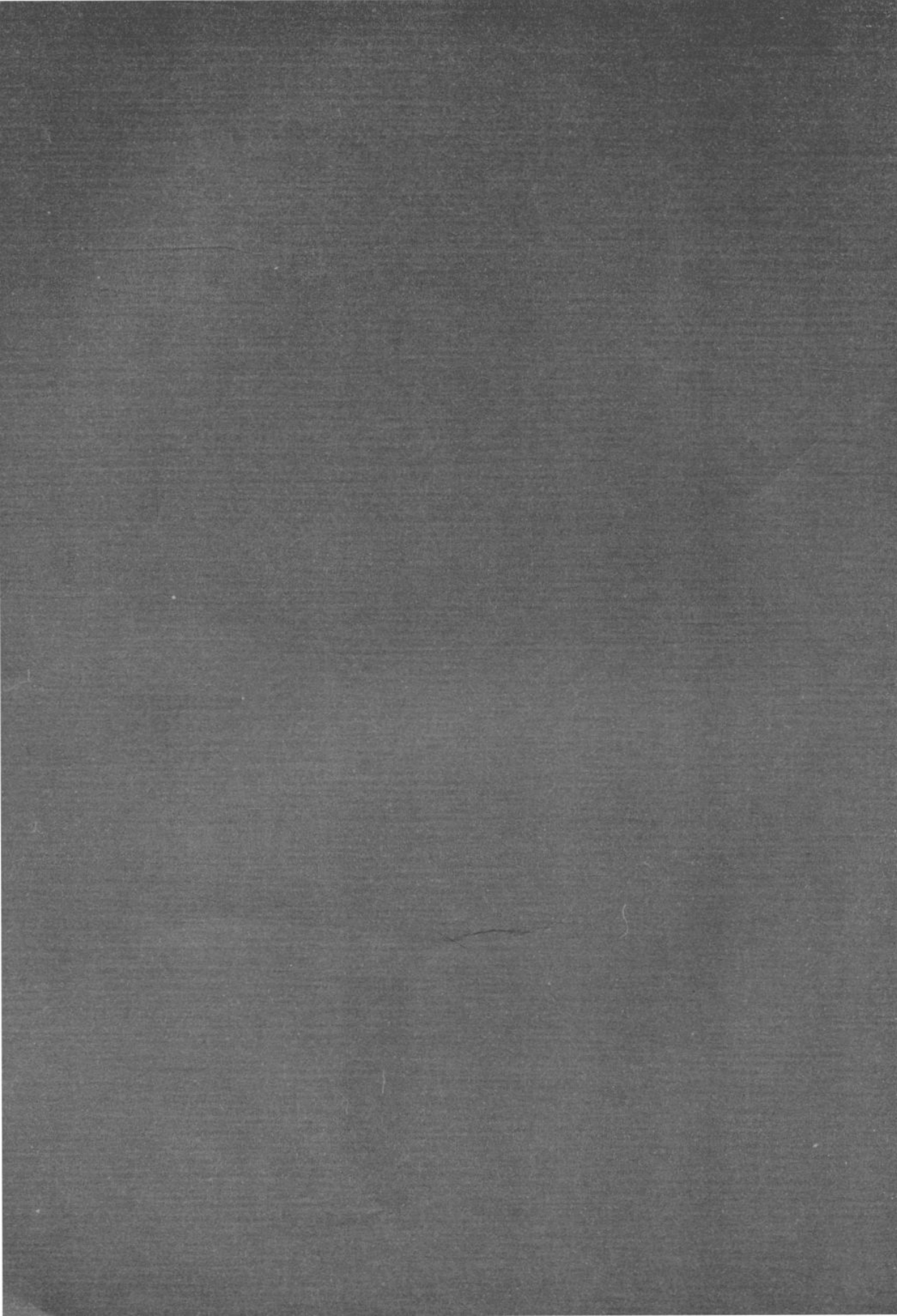
土壤和沉积物 4种形态硒的测定 液相色谱 - 原子荧光法 / 272

土壤 锰的测定 火焰原子吸收分光光度法 / 323

第一篇



土壤有机物前沿
分析测试方法研究



土壤和沉积物 氯苯类化合物的测定 气相色谱法

1 方法研究的必要性分析

1.1 氯苯类农药的理化性质和环境危害

1.1.1 氯苯类化合物的基本理化性质

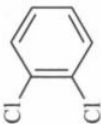
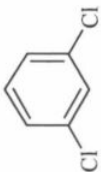

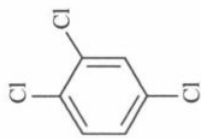
氯苯类化合物多属于持久性有机污染物，普遍存在于大气、水体、沉积物和土壤环境中，是一类化学性质稳定的人工合成有机污染物，其难溶或不溶于水，可溶于苯、醇和醚等有机溶剂，被认为具有潜在的毒性，具有“三致”作用。

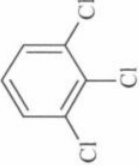
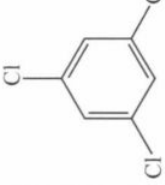
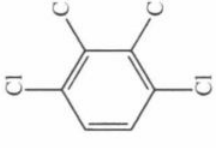
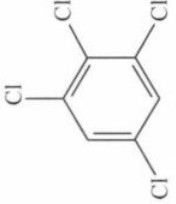
氯苯类化合物包含的种类繁多，主要包括：邻-二氯苯、对-二氯苯、间-二氯苯、三氯苯、氯甲苯、二氯甲苯和三氯甲苯等。常见的 11 种氯苯类化合物理化性质见表 1-1-1。


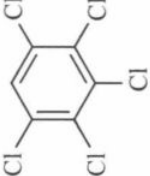

1.1.2 氯苯类化合物的环境危害

农药、染料、医药、塑料及日用化工产品的生产产业是氯苯类化合物的主要来源，如：在染料和医药工业中用于制造苯酚、硝基氯苯、苯胺和硝基酚等有机中间体，橡胶工业用于制造橡胶助剂，农药工业用于制造滴滴涕，涂料工业用于制造油漆，轻工工业用于制造干洗剂和快干油墨，化工生产中用作溶剂和传热介质，分析化学中用作化学试剂。其可通过各种途径进入土壤和水环境中，最终通过食物链进入人体富集，对人体器官产

表 1-1-1 常见氯苯类化合物理化性质一览表

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	结构式	理化性质
1	1,2-二氯苯	1,2-dichlorobenzene	95-50-1		无色易挥发液体, 有芳香味; 辛醇/水分配系数的对数值: 3.56; 溶解性: 不溶于水, 溶于醇、醚等多数有机溶剂在水分和光照作用下, 放出微量腐蚀性强的氯化氢; 对橡胶的腐蚀性强
2	1,3-二氯苯	1,3-dichlorobenzene	541-73-1		无色液体, 有刺激性气味; 熔点, -24.8°C ; 沸点, 173°C ; 密度 (水=1), 1.29; 不溶于水, 溶于乙醇、乙醚, 易溶于丙酮; 能进行氯化、硝化、磺化和水解反应, 遇铝反应剧烈, 用于有机合成
3	1,4-二氯苯	nitro-p-dichlorobenzene	89-61-2		白色结晶, 有樟脑气味; 熔点, 53.1°C ; 沸点, 174°C ; 密度 (水=1), 1.46; 不溶于水, 溶于乙醇、乙醚和苯
4	1,2,4-三氯苯	1,2,4-trichlorobenzene	120-82-1		无色液体; 熔点, 17°C ; 沸点, 213.5°C ; 相对密度 (水=1), 1.45; 不溶于水, 微溶于醇, 可混溶于乙醚、苯、石油醚、二硫化碳及多数有机溶剂; 干燥纯净的 1,2,4-三氯苯对金属无腐蚀性; 在热和水作用下, 放出微量腐蚀性强的氯化氢; 水解生成 2,5-二氯苯酚, 硝化生成 2,4,5-三氯硝基苯

序号	中文名称	英文名称	CAS号	结构式	理化性质
5	1,2,3-三氯苯	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6		无色液体或板状结晶; 相对密度 (g/ml, 1004℃): 1.381, 相对密度 (固体): 1.69; 熔点, 53.5℃; 沸点 (常压), 218.5℃; 不溶于水, 微溶于乙醇, 易溶于乙醚、苯、石油醚、二硫化碳、氯化烃等溶剂; 受热或燃烧时分解, 生成含氯、氯化氢和一氧化碳的有毒和腐蚀性烟雾; 与强氧化剂发生反应
6	1,3,5-三氯苯	1,3,5-trichlorobenzene	108-70-3		长针状结晶; 熔点, 63.5℃; 闪点, 126℃; 沸点, 208.5℃; 有特殊气味; 不溶于水, 微溶于乙醇, 易溶于乙醚; 在空气中受热分解释出剧毒的光气和氯化氢气体
7	1,2,3,4-四氯苯	1,2,3,4-tetrachlorobenzene	634-66-2		白色结晶; 熔点, 46.6℃; 沸点, 254.9℃; 不溶于水, 微溶于醇, 易溶于醚; 密度是水的1.7倍; 化学性质较为稳定
8	1,2,3,5-四氯苯	1,2,3,5-tetrachlorobenzene	634-90-2		无色结晶; 熔点, 51℃; 沸点, 246℃; 不溶于水, 溶于苯、二硫化碳; 化学性质稳定

序号	中文名称	英文名称	CAS号	结构式	理化性质
9	1,2,4,5-四氯苯	1,2,4,5-tetrachlorobenzene	95-94-3		无色; 可升华的针状晶体; 密度, 1.454g/cm ³ (150°C); 熔点, 138°C; 沸点, 245°C; 不溶于水, 溶于许多有机溶剂
10	五氯苯	Pentachlorobenzene	608-93-5		无色针状晶体; 密度, 1.625g/cm ³ (85°C), 1.609g/cm ³ (100°C), 沸点, 276°C; 熔点, 85°C; 不溶于水, 常温常压下, 或不分解产物
11	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1		常温下为无色晶状固体; 熔点, 230°C; 沸点, 23~326°C; 难溶于水, 微溶于乙醇, 溶于热的苯、氯仿、乙醚; 密度是水的2.44倍; 化学性质比较稳定, 不怕酸, 但在高温下, 在碱性溶液中能分解生成五氯酚钠盐; 受高热分解产生有毒的腐蚀性烟气

生不同程度的伤害。

摄入高剂量的氯苯会对呼吸道和肺部细胞有明显的刺激现象。有报道指出，因职业需要接触氯苯的女性，发生慢性呼吸道疾病，如支气管炎和哮喘等的概率增大。此外还会伴有免疫系统失调、扰乱白细胞的吞噬行为、皮肤感染、皮炎。在工作环境中长期吸入氯苯蒸气以后，可以观察到支气管中上皮细胞产生坏死斑及产生上呼吸道黏液膜疼痛。呼吸系统的轻度中毒通常表现为咽喉充血、鼻咽管分泌物明显增多以及咽部腺体肿大，重度中毒则表现为肺泡细胞损伤和气管灼痛感。

在污染的土壤、废水、湖水、污泥、饮用水、蔬菜、沉积物、鱼类，甚至在人类的脂肪组织和乳液中，都已检出氯苯类化合物。氯苯类化合物中的一氯苯、间 - 二氯苯、对 - 二氯苯、1,2,4- 三氯苯和六氯苯都是毒性很高的化合物，被美国国家环境保护局列为优先控制污染物。

现代工业进程的发展导致了氯苯类化合物的增多，对环境带来了较大的压力。因此，对于环境中氯苯类化合物的准确测定显得日益重要。胡泉、胡永梅等在《土壤中氯苯类化合物的迁移行为》中，利用自行研制的土壤污染实时模拟系统，对进入土壤中的氯苯类化合物的迁移行为进行模拟研究，测定目标化合物的挥发量、渗滤量及在土壤中的残留分布，探讨氯苯类化合物在土壤中的迁移行为。土壤装填在一个内径 100 mm、外径 150 mm、高度为 370 mm 的玻璃柱中，上方有布水板，下部有渗滤液取样口，侧面有空气出入口。恒温循环水在土壤柱的加套中流动，以保证设定的土壤温度。在土壤柱中，实验土壤的高度约为 200 mm。实验 15 d 后，从氯苯类化合物在土壤、气和渗滤液中的分布可以看出，土壤相中的各氯苯类化合物的百分含量均大于 96%，说明施入土壤中的氯苯类化合物主要滞留在土壤相中。氯苯类化合物在不同层深的浓度分布趋势有一致性，说明氯苯挥发和渗滤的阻力主要来自土壤的吸附。在不断的淋洗作用下，