

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2019.03.003

直接测汞仪-土壤标准物质绘制工作曲线法 测定土壤中汞

王昊

(山西省分析科学研究院,太原 030006)

摘要 采用直接测汞仪-土壤标准物质绘制工作曲线法测定土壤中的汞,样品无需前处理,减小了系统误差和基体干扰。绘制的低、高浓度标准曲线线性相关系数分别是0.999 9和0.999 7,可以准确测定汞含量在0~300 ng范围内的样品,准确度高,重现性和稳定性好,相对标准偏差小于2.2%,符合土壤的检测要求,适用于大批量土壤样品的检测。

关键词 测汞仪;土壤;工作曲线;汞

中图分类号:O657.32;TH744.12

文献标志码:A

文章编号:2095-1035(2019)03-0010-03

Determination of Mercury in Soils by Direct Mercury Determination Method-Drawing Working Curve of Soil Standard Material

WANG Hao

(Shanxi Analytical Science Academy, Taiyuan, Shanxi 030006, China)

Abstract The direct mercury analyzer—soil reference material drawing working curve method was used to determine mercury in soil. The sample did not need pretreatment, which reduced the systematic error and matrix interference. The correlation coefficients of low and high concentration standard curves drawn by this method are 0.999 9 and 0.999 7, respectively. The method can accurately determine samples with mercury content in the range of 0—300 ng. It has high accuracy, good reproducibility and stability, and its precision is less than 2.2%. It meets the requirements of soil detection and is suitable for the detection of large quantities of soil samples.

Keywords mercury vapourmeter; soil; working curve; mercury

收稿日期:2019-01-29 修回日期:2019-03-17

基金项目:山西省2018年青年科技研究基金面上青年基金项目(201801D221331)

作者简介:王昊,女,工程师,主要从事食品、农产品、环境中重金属的检测与研究。E-mail:haozi0028@163.com

本文引用格式:王昊.直接测汞仪-土壤标准物质绘制工作曲线法测定土壤中汞[J].中国无机分析化学,2019,9(3):10-12.
WANG Hao. Determination of Mercury in Soils by Direct Mercury Determination Method-Drawing Working Curve of Soil Standard Material[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3): 10-12.

前言

目前,检测土壤中汞含量的方法主要有氢化物发生原子荧光光谱法、冷原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法、双硫脲分光光度法等^[1-3]。其中,应用比较广泛的是氢化物发生原子荧光光谱法。使用以上方法均需要对土壤进行前处理,传统的前处理方法有湿法消解和微波消解,此方法耗时长而且操作复杂,需要耗费大量的强酸,严重污染环境,汞元素极易挥发,在前处理过程中还会对测定结果有一定的影响。本文采用 DMA-80 直接测汞仪-土壤标准物质绘制工作曲线测定土壤中的汞,此方法能够固体直接进样测定,无需对样品进行前处理,避免了使用强酸等化学试剂,减少了消耗和对环境的污染^[4-8]。样品的干燥、分解、分析测定等整个分析过程都在仪器中完成,只需要约 5 min,自动化程度高,分析速度快,减少了系统误差,省时省力。在取样量少的同时测定的检出限低、精密度好、准确度高、重现性好、稳定。使用直接测汞仪测土壤中的汞多采用汞标准溶液绘制工作曲线,本文采用土壤标准物质绘制工作曲线测定土壤中的汞,使用了与土壤基质相同的土壤标准物质,减小了基体干扰和系统误差,更适合进行大批量样品测定。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

DMA-80 直接测汞仪(意大利 Milestone 公司),氧气(纯度不低于 99.9%),GSS-24、GSS-4、GSS-8、GSS-9、GSS-27、GSS-5 土壤成分分析标准物质(地球物理地球化学勘察研究所)。

1.2 仪器工作条件

冲洗时间为 60 s,齐化管加热时间为 12 s,信号记录时间为 30 s,最高开始温度为 250 ℃,氧气压力 0.4 MPa,方法程序见表 1。

表 1 方法程序

Table 1 Method procedure

时间/s	温度/℃	程序
60	200	干燥
90	650	分解
90	650	分解

2 结果与讨论

2.1 标准工作曲线的绘制

土壤基体成分比较复杂,由基体引起的干扰比较严重,为了减小基体干扰和系统误差,采用土壤标准物质来绘制标准曲线。由于测汞仪采用长光池测量低含量的汞(大约 20 ng 以下),短光池测量高含量的汞(大约 1 000 ng 以下);两个吸收池一直都用于测量,若长光池的吸光度最高值超过 0.8,则用短光池信号值的最高峰来计算结果。因此,选择 GSS-24、GSS-4 两种浓度的土壤标准物质绘制标准曲线,GSS-24 的标准值为(0.075±0.007) mg/kg, GSS-4 的标准值为(0.59±0.05) mg/kg。

用 GSS-24 为标准物质绘制低浓度范围的标准曲线,分别称取 GSS-24 标准物质 0.014 0、0.026 7、0.039 9、0.067 9、0.133 7、0.160 1、0.199 7 g 直接进样检测;使用 GSS-4 为标准物质绘制高浓度范围的标准曲线,分别称取 GSS-4 标准物质 0.026 2、0.050 8、0.085 5、0.169 2、0.255 1、0.339 9、0.423 9、0.508 5 g 直接进样检测。绘制标准曲线均进行二次拟合,汞标准曲线见表 2。

2.2 准确度和精密度实验

根据土壤标准物质中汞的含量分布,选择四种土壤标准物质直接进样测定,测定结果与标准值对比,误差很小。同时做精密度实验,相对标准偏差并不大于 2.2%,以上指标符合检测的要求。结果见表 3。

表 2 标准曲线

Table 2 Standard curve

低浓度曲线	汞含量/ng	0	1.050	2.002	2.992	5.115	10.028	12.008	15.458
	称样量/g	0	0.014 0	0.026 7	0.039 9	0.067 9	0.133 7	0.160 1	0.206 1
	吸光度	0	0.058 2	0.112 2	0.163 5	0.261 2	0.487 5	0.561 1	0.698 4
曲线方程 $A = -0.000\ 610\ 84C^2 + 0.054\ 675\ 00C$ 相关系数 0.999 9									
高浓度曲线	汞含量/ng	29.972	50.445	99.828	150.509	200.541	250.101	300.0150	
	称样量/g	0.050 8	0.085 5	0.169 2	0.255 1	0.339 9	0.423 9	0.508 5	
	吸光度	0.023 2	0.038 6	0.075 0	0.110 1	0.132 8	0.154 4	0.182 2	
曲线方程 $A = -7.107\ 913 \times 10^{-7}C^2 + 8.188\ 420 \times 10^{-4}C$ 相关系数 0.999 7									

表3 标准样品测定值及精密度

Table 3 Determination value and precision of standard samples

/(mg · kg⁻¹)

样品	标准值	测定值							平均值	RSD ¹⁾
GSS-8	0.017±0.003	0.017	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017	0.017	0.017	2.2
GSS-9	0.032±0.003	0.031	0.031	0.030	0.031	0.030	0.032	0.031	0.031	2.2
GSS-27	0.116±0.012	0.111	0.112	0.111	0.111	0.111	0.111	0.111	0.111	0.3
GSS-5	0.29±0.03	0.297	0.295	0.293	0.294	0.289	0.289	0.290	0.292	1.1

注:1)单位为%。

3 结论

采用直接测汞仪测定土壤中的汞,无需对样品进行前处理,避免了化学试剂对环境的污染,减少了系统误差和样品在前处理过程中汞的损失,使用与土壤基质相似的土壤标准物质绘制工作曲线,减小了基质干扰,低浓度标准曲线的相关系数是0.999 9,高浓度标准曲线的相关系数是0.999 7,汞含量在0~300 ng范围内的样品都能准确测定。此方法操作简单,准确度高,重现性和稳定性好。对4种土壤标准物质进行了测定,检测结果均在定值范围内,同时进行了精密度实验,结果显示,精密度较好,符合土壤的检测要求,适用于大批量土壤样品的检测。

参考文献

- [1]孙鹏,刘海涛,李崇江,等.电热蒸发-直接进样-冷原子吸收光谱法测定土壤以及沉积物中汞[J].中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2018,8(1):6-10.
- [2]吴雪英,魏雅娟,江荆,等.氯化亚锡还原-原子荧光光谱

法测定银精矿中汞[J].中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2018,8(2):1-4.

- [3]李晋荣,党晋华,宋姍娟,等.双道原子荧光光谱法测定土壤中汞[J].中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2017,7(3):1-3.
- [4]陈金凤.固体测汞仪直接测定土壤中的汞含量[J].科技信息(*Science Technology Information*),2013(25):117-118.
- [5]金生.DMA-80测汞仪直接测定固体样品中的汞[J].中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2015,5(4):20-23.
- [6]高小青,漆晓旭.直接测汞仪测定土壤中总汞的方法研究[J].甘肃科技(*Gansu Science and Technology*),2012,28(11):41-43.
- [7]王永强,冯敏洪.自动固体测汞仪测定土壤中的汞[J].资源节约与保护(*Resources Economization & Environmental Protection*),2015(4):50.
- [8]周宇,贾宏新,郑凤娥,等.测汞仪直接测定食品中总汞[J].中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2015,5(3):5-7.