

王水消解-冷原子吸收光谱法测定土壤中汞

刘景龙

(铜陵市环境监测中心站,安徽 铜陵 244000)

摘 要 为了寻求一种更加适宜测定土壤中汞含量的测试方法,将检出限低、精密度高的冷原子吸收光谱法与便捷、高效的王水水浴消解土壤处理方式相结合,建立了王水消解-冷原子吸收光谱法测定土壤中汞。通过测定方法的线性相关性、方法检出限、准确度、精密度、加标回收率,并与原子荧光光谱法进行对比实验来评价该方法的有效性。王水消解-冷原子吸收光谱法在汞质量浓度 0.0~1.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性良好,相关系数可以达到 0.999 9,方法检出限为 0.000 75 mg/kg,土壤标准样品测试的相对标准偏差为 4.0%~10.7%,实际样品加标回收率分别为 93%~104%。采用原子荧光光谱法进行对比测试,原子荧光光谱法的方法检出限为 0.002 5 mg/kg,相对标准偏差为 4.8%~13.5%,加标回收率为 104%~107%。结果表明,对于王水水浴消解土壤的方法不仅适用于原子荧光光谱法测定汞含量,同样可以应用于冷原子吸收光谱法中。所建立的王水消解-冷原子吸收光谱法具有更低的检出限,更优的准确度和精密度,有利于提高土壤样品测试的工作效率,值得推广。

关键词 王水消解;冷原子吸收光谱法;原子荧光光谱法;汞;土壤

中图分类号: O657.31; TH744.12

文献标志码: A

文章编号: 2095-1035(2020)01-0032-06

Determination of Mercury in Soil by Cold Atomic Absorption Spectrometry with Aqua Regia Digestion

LIU Jinglong

(Tongling Environmental Monitoring Central Station, Tongling, Anhui 244000, China)

Abstract In order to find a more suitable test method for determination of mercury content in soil, cold atomic absorption spectrometry with low detection limit and high precision was combined with convenient and efficient aqua regia water bath digestion method to establish aqua regia digestion-cold atomic absorption spectrometry. To evaluate the effectiveness of the new method, the linear correlation, detection limit, accuracy, precision and standard recovery were determined, which were compared with atomic fluorescence spectrometry. Aqua regia digestion-cold atomic absorption spectrometry showed good linearity in the range of mercury mass concentration 0.0—1.0 g/L, and the detection limit of the method is 0.000 75 mg/kg, the relative standard deviation of soil standard sample testing is 4.0%—10.7%, and the standard recovery of solid samples is 93%—104%, respectively. The detection limit of atomic fluorescence method is 0.002 5 mg/kg, the relative standard deviation is 4.8%—13.5%, and the standard recovery is 104%—107%. The results showed that the method of dissolved soil in aqua regia bath is not only suitable for the determination of mercury content by atomic fluorescence method, but also suitable for cold atomic absorption method. The method has lower detection limit, better accuracy and precision, and is beneficial to improve the testing efficiency of soil samples, which is worth popularizing.

Keywords aqua regia digestion; cold atomic absorption; atomic fluorescence; mercury; soil

收稿日期: 2019-06-09 **修回日期**: 2019-11-16

作者简介: 刘景龙,男,工程师,主要从事环境样品分析研究。E-mail: ljlby@126.com

本文引用格式: 刘景龙. 王水消解-冷原子吸收光谱法测定土壤中汞[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(1): 32-37.

LIU Jinglong. Determination of Mercury in Soil by Cold Atomic Absorption Spectrometry with Aqua Regia Digestion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(1): 32-37.

前言

汞元素作为一种毒性巨大的有害重金属元素,对汞的分析监测一直是生态环境监测和农业环境保护的重要内容之一^[1-2]。国内常用的土壤汞含量测定方法有原子荧光光谱法^[3]和冷原子吸收光谱法^[4]。现行的冷原子吸收光谱法标准中所采用的土壤前处理方法为硫酸-硝酸-高锰酸钾消解法和硝酸-硫酸-五氧化二钒消解法,尽管冷原子吸收光谱法具有较低的检出限和良好的精密度,但消解过程所用氧化剂组份较为复杂,处理过程也较为繁琐,所以在日常土壤质量监测中使用较少^[5-6]。除此以外,催化热解-冷原子吸收光谱法也是一种新型测试土壤汞元素的方法^[7],但由于仪器普及性不高,尚未作为常用的推荐方法^[8]。常用于土壤中汞元素测定的原子荧光光谱法,最普遍采用的前处理方式是王水水浴消解^[9-10],此外,也有石墨消解^[11]、微波消解^[12]等前处理方式。采用王水水浴进行土壤消解处理,处理过程较为简便,准确度和检出限也较低,被作为土壤质量监测的推荐方法。结合冷原子吸收光谱法和原子荧光光谱法二者的优点,采用王水消解土壤,冷原子吸收光谱测汞仪进行消解液测定,建立王水消解-冷原子吸收光谱法,对该方法的检出限、精密度、准确度分析测定,并同步采用王水消解-原子荧光光谱法进行对比研究。

1 实验部分

1.1 实验仪器

Hydra II AA 冷原子吸收测汞仪(美国利曼公司)。工作参数:载气(氙气)流量 0.25 L/min,泵速 8 mL/min,输入压力 97~138 kPa,内部控制压力 6.9~8.3 kPa。

PF72 原子荧光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)。工作参数:负高压 300 V,灯电流 40 mA,原子化器高度 8 mm,加热温度 200 ℃,载气(氙气)流量 300 mL/min,屏蔽气流量 600 mL/min,读数方式为峰面积,读数时间 15 s,自动进样,自动稀释。

1.2 实验试剂

盐酸(优级纯)、硝酸(优级纯)。
王水溶液(1+1):分别量取 300 mL 盐酸和 100 mL 硝酸,加入 400 mL 水中,混匀。
载流液(原子荧光光谱法):5%(V/V)盐酸溶液。
载流液(冷原子吸收光谱法):2%(V/V)盐酸

溶液。

原子荧光光谱还原剂[硼氢化钾溶液(50 g/L)]:称取 5 g 硼氢化钾(优级纯),溶解在 100 mL 的氢氧化钠(5 g/L)溶液中,临用现配。

氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 30 g 氯化亚锡(优级纯)溶于 30 mL 盐酸中,用纯水稀释至 300 mL,摇匀,临用现配,其它浓度以此类推。

汞标准储备溶液(100 mg/L,国家环境保护部标准样品研究所研制)。

汞标准使用液:临用前由储备溶液逐级稀释至所需浓度。

汞水质标准样品:202043 GSB 07-3173-2014(国家环境保护部标准样品研究所研制)。

GSS 系列土壤标准物质:GSS-7(GBW07407)、GSS-8(GBW07408)、GSS-26(GBW07455)、GSS-27(GBW07456)均购自地球物理地球化学勘察研究所。

实验所用水均为超纯水,所用玻璃容器均为 50%的硝酸溶液浸泡 24 h 后用纯水冲洗干净。

1.3 实验步骤

1.3.1 实验条件选择

配制浓度分别为 100、200、250、300 g/L 的氯化亚锡溶液,作为冷原子测汞仪测试的还原剂,以 2%的盐酸为载流,测定浓度为 0.0、0.2、0.4、0.6、0.8 和 1.0 μg/L 的标准系列溶液,绘制校准曲线并测定汞标准溶液(202043)进行验证。

1.3.2 样品的前处理

分别称取 0.20~0.3 g(精确至 0.000 1 g)的土壤标样(GSS-8、GSS-26、GSS-7、GSS-27)各 6 份和土壤实际样品 1[#]、2[#]各 6 份,称取 3 份土壤实际样品 1[#]并加入不同质量的土壤标准样品(GSS-8),分别置于 50 mL 比色管中,加少量水润湿样品,然后加入 10 mL 王水(1+1)溶液摇匀,置于沸水浴中消解 2 h,30 min 摇动 1 次,冷却后以水定容,摇匀静置,待测。

1.3.3 校准曲线的绘制

分别在冷原子吸收测汞仪和原子荧光光谱仪上测试汞标准系列溶液,浓度为:0.0、0.2、0.4、0.6、0.8 和 1.0 μg/L,分别上机测试后得到两组汞的校准曲线方程。

1.3.4 空白样品的测定

用去离子水代替样品,加 1 mL 的王水溶液(1+1),定容至 10 mL 比色管中,分别在冷原子吸收测汞仪和原子荧光光度计上,以测定校准曲线时相同的测试条件,对汞空白样品进行 11 次连续测定。

1.3.5 标准样品和实际样品的测定以及加标回收实验

分别利用冷原子吸收测汞仪和原子荧光光度计,在测定校准曲线相同的仪器条件下,对 6 组土壤标准物质消解液、6 组实样消解液和 3 组加标样品消解液进行测定。

2 结果与讨论

2.1 还原剂浓度的选择

通过参考冷原子吸收光谱法测定汞的现行标准方法,发现冷原子吸收光谱法测定水质、土壤、固体废物中汞元素时,所用还原剂为氯化亚锡(200 g/L)溶液;测定固定污染源废气中汞元素时,还原剂为氯化亚锡(250 g/L)溶液,测定环境空气颗粒物中汞元素时,还原剂为氯化亚锡(300 g/L)溶液。

为了进一步确定实验中的还原剂浓度,分别采用 100、200、250、300 g/L 的氯化亚锡溶液作为还原

剂,分别测试标准系列溶液并绘制标准曲线,并用有证标准物质进行验证。结果如表 1 所示,还原剂的浓度对校准曲线和样品的测试结果影响不大,不同浓度的还原剂条件下得到的标准曲线具有相近的斜率和相关系数,证明以上浓度的还原剂均为过量,能够完全将标准系列溶液中的汞还原,并且通过质控样品 $[(6.79 \pm 0.55) \mu\text{g/L}]$ 验证结果均为合格。为了减少试剂用量和降低环境污染,实验选用 100 g/L 的氯化亚锡溶液作为还原剂。

2.2 方法检出限

通过在冷原子吸收测汞仪上测定汞标准系列溶液,得到校准曲线 $I=10\,896C_{\text{Hg}}+34.143$,线性相关性 r 为 0.999 3,满足测试要求。作为参比,利用原子荧光分光光度计测定汞标准系列溶液,得到校准曲线 $IF=3\,562.951\,2C_{\text{Hg}}-61.211$,线性相关性 r 为 0.999 5,同样满足测试要求,二者均具有很好的线性相关性。

表 1 不同浓度还原剂下的测定结果

Table 1 The results in different concentrations of reducing agent

氯化亚锡溶液/(g·L ⁻¹)	标准曲线	相关系数 r	测定结果/($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)
100	$y=11\,931x-201.1$	0.999 5	6.69
200	$y=12\,287x-154.9$	0.999 6	6.73
250	$y=12\,039x+14.62$	0.999 8	6.66
300	$y=12\,815x-234.2$	0.999 7	6.71

在各自曲线的测定条件下,测试 11 次空白试样,冷原子吸收光谱法的空白平均值为 0.009 1 $\mu\text{g/L}$,标准偏差为 0.001 1 $\mu\text{g/L}$;原子荧光光谱法的空白平均值为 0.020 4 $\mu\text{g/L}$,标准偏差为 0.003 7 $\mu\text{g/L}$ 。根据 3 倍标准偏差计算检出限,可得冷原子吸收光谱法和原子荧光光谱法的汞检出限分别为 0.003 $\mu\text{g/L}$ 和 0.01 $\mu\text{g/L}$ 。对于 0.2 g 土壤样品,以定容体积 50 mL 计,则冷原子吸收光谱法和原子荧光光谱法测

定土壤中汞的方法检出限分别为 0.000 75 mg/kg 和 0.002 5 mg/kg。

由表 2 所示,同样的空白样品在测汞仪上测定值较低,同时标准偏差较小,说明仪器的稳定性较好。由于仪器的稳定性直接关系到仪器的检出限和方法检出限,因此测汞仪的检出限要比原子荧光光谱法低很多,在测试低浓度样品时,冷原子吸收测汞仪具有更加明显的优势。

表 2 两种方法的检出限测定结果

Table 2 The results of detection limit by two methods($n=11$)

测定方法		空白样品测量值						平均值	标准偏差	检出限	/($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)
											方法检出限 ¹⁾
冷原子吸收 光谱法	0.010 9	0.010 2	0.009 5	0.008 4	0.009 7	0.007 6	0.009 1	0.001 1	0.003	0.000 75	
	0.009 9	0.008 5	0.009 1	0.007 4	0.009 4						
原子荧光 光谱法	0.014 0	0.015 3	0.018 7	0.018 7	0.019 7	0.019 9	0.020 4	0.003 7	0.01	0.002 5	
	0.024 0	0.026 3	0.023 7	0.021 9	0.022 4						

注:1)单位为 mg/kg。

2.3 准确度和精密度实验

通过王水消解,将处理好的 6 份 GSS-8、GSS-26、GSS-7 和 GSS-27 土壤标准样品在冷原子吸收测汞仪上进行测定,测定结果的均值均在质控范围内。同样,利用原子荧光光度计对相同的消解液进行测定,其测定均值也都在质控范围内,并且测定结

果基本一致。实验结果如表 3 所示,对于含量较低的 GSS-8 和 GSS-26 样品,两种方法的测定结果非常准确,并且两种方法的结果也是非常的接近。但是对于较高含量的 GSS-7 和 GSS-27 样品,冷原子吸收光谱法准确度明显高于原子荧光光谱法,其中高含量 GSS-27 样品,虽然两种方法的测定均值均

高于控制值的中间值,但原子荧光光谱法 6 次测定结果中出现了 2 次结果超出质控范围。

表 3 两种方法测定标准样品的结果

Table 3 The results of the standard sample tests by two methods($n=6$)									/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)
测定方法	标样	样品测定值						均值	RSD ²⁾
冷原子吸收法 原子荧光法	GSS-8(0.017 ± 0.003)	0.018	0.017	0.020	0.019	0.015	0.016	0.018	10.7
		0.015	0.015	0.016	0.018	0.021	0.018	0.017	13.5
冷原子吸收法 原子荧光法	GSS-26(0.030 ± 0.003)	0.029	0.028	0.031	0.028	0.028	0.030	0.029	4.0
		0.031	0.030	0.032	0.028	0.028	0.030	0.030	5.3
冷原子吸收法 原子荧光法	GSS-7 (0.061 ± 0.006)	0.057	0.059	0.060	0.059	0.060	0.061	0.059	2.3
		0.065	0.065	0.065	0.059	0.066	0.063	0.064	4.0
冷原子吸收法 原子荧光法	GSS-27 (0.116 ± 0.012)	0.121	0.121	0.122	0.122	0.123	0.124	0.122	1.0
		0.125	0.127	0.128	0.125	0.133	0.129	0.128	2.3

注:2)单位为%,下同。

根据两种仪器的特点分析,出现这样的偏差主要在于仪器,而不是样品。通过样品测试前后对空白样的测定结果来看,冷原子吸收测汞仪的空白试样浓度一直低于检出限的 $0.005 \sim 0.010 \mu\text{g/L}$,而原子荧光光度计在试样分析前的空白样浓度值低于 $0.04 \mu\text{g/L}$,而测试完试样后空白样浓度值高达 $0.07 \mu\text{g/L}$ 。这是由于原子荧光光谱法的汞记忆效应明显,并且光源的稳定性也影响到背景值,造成基线漂移严重,测定信号值越来越高,而冷原子吸收测汞仪在仪器稳定性上优于原子荧光光度计,保持着较为稳定的背景值,虽然在测试高浓度样品时也出现了汞记忆效应引起的测得值偏高现象,但还是确保了样品分析的准确性。

由于样品测试顺序是先低浓度样品,后高浓度样品,原子荧光光度计在低浓度样品测定时还能保持较为稳定的背景值,但是随着样品测试数量的累积和样品浓度的加大,测试结果会出现偏高,甚至超过质控范围。通过计算 6 次样品测定的相对标准偏差,可以发现冷原子吸收光谱法测定结果的相对标

准偏差均低于原子荧光光谱法结果。出现这样结果也是由于仪器稳定性的差异,原子荧光光度计随着测定样品数的累加,基线漂移严重,影响测定结果的准确性,这也是其方法的缺点之一,而冷原子吸收光谱法具有更加优良的稳定性和精密度,将更适宜大批量样品的连续测定。因此,将王水消解土壤的前处理方法应用于冷原子吸收测汞仪上,具有可靠的准确度和优良的精密度。

2.4 实际样品测定

利用冷原子吸收测汞仪和原子荧光光度计,在设定条件下,分别对消解好的 6 份实际样品(实样 1[#]和实样 2[#])进行测定,结果如表 4 所示。从测定均值来看,冷原子吸收光谱法的测定结果分别为 0.035 mg/kg 和 0.039 mg/kg ,原子荧光光谱法进行同步验证的结果分别为 0.036 mg/kg 和 0.039 mg/kg ,可见两种方法的测定结果几乎没有差别。由此可以初步判断,王水消解法作为原子荧光光谱法测定土壤汞元素的前处理方法,同样可以应用于冷原子吸收光谱法对汞元素的测定。

表 4 两种方法测定实际样品的结果

Table 4 The results of the actual sample tests by two methods($n=6$)									
样品	测定方法	实样测定值/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)						均值/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	RSD ²⁾
实样 1 [#]	冷原子吸收法	0.036	0.035	0.034	0.038	0.034	0.035	0.035	4.3
	原子荧光法	0.037	0.034	0.036	0.039	0.035	0.037	0.036	4.7
实样 2 [#]	冷原子吸收法	0.038	0.038	0.038	0.040	0.039	0.039	0.039	2.1
	原子荧光法	0.040	0.043	0.041	0.037	0.038	0.037	0.039	6.2

通过计算两个样品 6 次测定结果的相对标准偏差,比较两种方法的稳定性,冷原子吸收光谱法测定结果的相对标准偏差分别为 4.3%和 2.1%,原子荧光光谱法测定结果的相对标准偏差分别为 4.7%和 6.2%。对于相同的消解样,冷原子吸收光谱法具有相当的或者更优的相对标准偏差,测汞仪的测量稳定性优于原子荧光光度计。

为了进一步验证王水消解法在冷原子吸收光谱法中应用的准确性,对实样 1[#]进行加标测试。经测试,分别得到 3 份土壤加标样的汞浓度值,利用下式计算加标回收率:

加标回收率=(加标样汞含量-实样汞含量)/标样汞含量;

式中:加标样汞含量(ng)=加标样品测量浓度

值(mg/kg)×(实样质量+标样质量)(g)

实样汞含量(ng)=土壤实样浓度*(mg/kg)×土壤实样质量(g)

标样汞含量(ng)=标样浓度(mg/kg)×标样质量(g)。

* 根据两种方法实样测试结果带入计算(冷原子吸收光谱法:0.035 mg/kg;原子荧光光谱法:0.035 mg/kg)。

表 5 两种方法加标测试的结果

Table 5 The results of the standard addition tests by two methods

测定方法	实样 1# 称样量/mg	GSS-8 标样称样量/mg	实样汞含量/ng	标样汞含量/ng	加标样汞含量/ng	加标回收率/%
冷原子吸收法	0.102 8	0.110 9	3.701	1.885	5.665	104
原子荧光法			3.598		5.620	107
冷原子吸收法	0.101 5	0.219 4	3.654	3.730	7.185	95.0
原子荧光法			3.553		7.450	104
冷原子吸收法	0.108 0	0.320 7	3.888	5.452	8.985	93.0
原子荧光法			3.780		9.515	105

3 结论

通过王水消解处理后土壤样品,利用冷原子吸收光谱法测定土壤中的汞含量,能够满足检出限、精密度和准确度的要求。根据原子荧光光谱法的对比测试,可以看出冷原子吸收光谱法具有相近的准确度,以及更低的检出限和更优的精密密度。可见王水消解处理土壤样品的前处理方法,不仅适用于原子荧光光谱法,同样可以应用于冷原子吸收光谱法。因此,将王水消解与精密密度更高的冷原子吸收光谱法相结合,建立的王水消解-冷原子吸收光谱法是一种准确、精密、高效的土壤汞含量测定方法,可以在土壤质量监测分析中进行推广应用。

参考文献

[1]曾少军,曾凯超,杨来. 中国汞污染治理的现状与策略研究[J]. 中国人口·资源与环境, 2014, 24(增刊1): 92-96.

ZENG Shaojun, ZENG Kaichao, YANG Lai. Study on situation and strategy of mercury pollution of China[J]. China Population, Resources and environment, 2014(S1): 92-96.

[2]吴为,武攀峰,缪明,等. 滨江沿海地区耕地土壤重金属污染特征及潜在生态风险[J]. 中国测试, 2019, 45(2): 78-82,110.

WU Wei, WU Panfeng, MIAO Ming, et al. Pollution characteristics and potential ecological risk of heavy metals in cultivated soils of riverside and coastal area[J]. China Measurement & Test, 2019, 45(2): 78-82,110.

从表 5 中结果可以看出,王水消解处理的土壤样品在测汞仪上测定加标回收率的结果为 93%~104%,在原子荧光光度计上测定加标回收率的结果为 104%~107%,二者均完全满足准确度的要求,且加标回收率范围基本相当,说明适用于原子荧光光谱法的王水消解前处理方法同样适用于冷原子吸收光谱法对汞含量测定。

[3]姚晶,任蓉,樊婷,等. 原子荧光光谱法同测粮食中砷汞总量的条件选择及干扰控制[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(4):1-7.

YAO Jing, REN Rong, FAN Ting, et al. Selection of working conditions and interference control for simultaneous trace analysis the content of As and Hg in grain by AFS[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(4):1-7.

[4]国家环境保护局,国家技术监督局. 土壤质量 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法:GB/T 17136—1997[S]. 北京: 中国标准出版社, 1997.

China State Bureau of Environmental Protection, China State Bureau of Technical. Determination of total mercury in soil mass by cold atomic absorption spectrometry : GB/T 17136—1997 [S]. Beijing: China Standard Press, 1997.

[5]梁延鹏,张力,钱建平,等. 氢化物-冷原子吸收法测定土壤和植物中的汞[J]. 中国测试技术, 2006(6): 12-14,25.

LIANG Yanpeng, ZHANG Li, QIAN Jianping, et al. Determination of mercury in the soil and plant by hydride generation-cold AAS[J]. China Measurement & Test, 2006(6): 12-14,25.

[6]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, 2018, 8(2): 1-4.

WU Xueying, WEI Yajuan, JIANG Jing, et al. Determination of mercury in silver concentrates by stannous chloride reduction-atomic fluorescence spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018,8(2):1-4.

[7]环境保护部. 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[S]. 北京: 中国环境出版社, 2017.

China Ministry of Environmental Protection. Determination of total mercury in soil and sediment by catalytic pyrolysis-cold atomic absorption spectrometry : HJ 923—2017[S]. Beijing: China Environment Press, 2017.

[8]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, 2018, 8(1): 6-10.

SUN Peng, LIU Haitao, LI Chongjiang, et al. Electro-thermal evaporation-cold atomic absorption spectrometry for measurement of mercury in soil and sediment[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(1): 6-10.

[9]LI Zhongxi, YANG Xiaoming, GUO Yuean, et al. Simultaneous determination of arsenic, antimony, bismuth and mercury in geological materials by vapor generation-four-channel non-dispersive atomic fluorescence spectrometry[J]. Talanta, 2008, 74: 915-921.

[10]刘景龙, 罗守娟. 王水消解-原子荧光法同时测定土壤中砷汞[J]. 环境科学导刊, 2018, 37(5): 88-90.

LIU Jinglong, LUO Shoujuan. Simultaneous determination of arsenic and mercury in soil by atomic fluorescence spectrometry with the samples dissolved in aqua regia[J]. Environmental Science Survey, 2018, 37(5):88-90.

[11]舒天阁, 王维, 许惠英. 石墨消解 - 原子荧光法测定土壤中的汞和砷[J]. 化学分析计量, 2014, 23(2): 27-29.

SHU Tiange, WANG Wei, XU Huiying. Determination of mercury and arsenic in soil by graphite digestion-atomic fluorescence spectrometry[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2014, 23(2): 27-29.

[12]冷庚, 杨嘉伟, 谢晴, 等. 微波消解-氢化物发生原子荧光光度法测定土壤中的汞[J]. 环境工程学报, 2011, 5(8): 1893-1896.

LENG Geng, YANG Jiawei, XIE Qing, et al. Determination of mercury in soil samples using the method of microwave digestion hydride generation atomic fluorescence spectrometry[J]. Chinese Journal of Environmental Engineering, 2011, 5(8): 1893-1896.