

利用 DMA-80 自动测汞仪直接测定海水中痕量汞

王冬进

(连云港市环境监测中心站, 江苏 连云港 222001)

摘要:采用 DMA-80 自动测汞仪直接测定海水中的痕量汞, 详细介绍了干燥时间、分解温度、释放温度等分析条件的优化选择。试验结果, 方法在 0.4~400 ng 范围内线性良好, 检出限为 2×10^{-5} mg/L, 方法操作简单, 灵敏度高, 结果准确。

关键词:海水; 痕量汞; 直接测定; 检出限

中图分类号: X830.2

文献标识码: B

文章编号: 1674-6732(2010)-01-0024-03

Direct Determination of Trace Mercury in Seawater with DMA-80 Automatic Mercury Analyzer

WANG Dong-jin

(Lianyungang Environmental Monitoring Central Station, Lianyungang, Jiangsu 222001, China)

ABSTRACT: Trace mercury in seawater was directly determined with DMA-80 Automatic Mercury Analyzer. Optimization on the choice of analytical condition, such as dry time, decomposition temperature and reduction temperature were elaborated. The result showed that the technique was in a good linear relation in the range between 0.4-400 ng and the detection limits 2×10^{-5} mg/L. The technique is easy to use with high sensitivity and accuracy.

KEY WORDS: seawater; trace mercury; direct determination; detection limit

传统的测汞方法一般是将含汞样品消解处理后, 用原子吸收法进行测定。但由于汞元素易挥发, 所以在传统方法的消解过程中会损失一部分汞元素, 导致分析结果不准^[1]。另外, 汞元素对人体有极大的伤害, 一旦被人体吸收, 将永久且不可逆地沉积于人体骨骼, 对身体健康造成极大威胁。在日本, 曾发生大面积汞中毒事件, 以此为鉴, 各国都相应制定了水质、土壤、生物等汞含量的严格标准。1993年12月9日, 意大利政府颁布法令, 规定鱼类及海洋类生物体内汞的质量比不得超过 0.5 mg/kg。由于海水基体复杂, 干扰多, 海水中痕量汞的测定方法一直是分析人员探索的重点。因此, 快速而准确测定海水中的痕量汞具有重要的意义。

实验采用 DMA-80 自动测汞仪直接测定海水中的痕量汞。不用湿化学法处理, 可以减少试剂消耗和系统误差, 也避免了样品处理过程中汞的挥发对分析人员健康的影响。直接测定方法在样品放入设备 4 min 左右就能得出结果。能够在 0.4~400 ng 的宽泛范围内准确地测定。

1 实验

1.1 仪器与试剂

DMA-80 型直接测汞仪(触摸屏计算机 CPU 133 M, 16 M 内存, Windows 95 操作系统);

内置 40 位自动进样样品盘;

量程为 0~500 μ L 的移液枪;

汞标准溶液: 质量浓度为 1 000.0 mg/L。

1.2 测量原理

用移液枪移取样品置入镍舱内, 送进热分解炉。样品先干燥, 后被热分解。氧气将热分解产物送入石英管(石英管尾部装有催化剂将硫化物、酸性卤化物及硝化物吸附)。催化后的热分解产物进入金质汞齐化器, 对汞进行选择性吸附。吸附完毕后, 对汞齐化器迅速加热, 使其释放出汞蒸汽, 通过测量池进行测定。测定范围为 0.4~400 ngHg^[2]。

1.3 测量条件

(1) 进样量: 500 μ L; 光源: 低压汞灯; 波长: 253.65 nm; 检测器: 硅紫外光电探测器。

收稿日期: 2009-05-19; 修订日期: 2009-12-21

作者简介: 王冬进(1977—), 男, 工程师, 本科, 从事环境监测工作。

(2) 仪器条件见表1。

表1 仪器条件

步骤	时间/s	温度/℃	备注
1	15	200	斜坡升温
2	120	200	恒温
3	35	650	斜坡升温
4	150	650	恒温

2 结果与讨论

2.1 干燥时间的选择

干燥时间是为了干燥海水样品所需要的时间,时间短了样品干燥不完全,时间长了汞会损失,经过试验,确定选用15 s比较合适。同一海水样品采用不同干燥时间测定数据见图1^[3-5]。

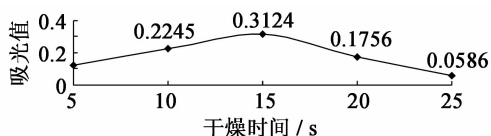


图1 干燥时间与测定结果响应关系

2.2 分解温度的选择

既要保证海水样品分解完全,又使汞不损失,选择合适的分解温度至关重要。对同一海水样品在其他因素相同的条件下,只改变分解温度进行测定,经过试验,确定选用200℃比较合适。测定数据见图2。

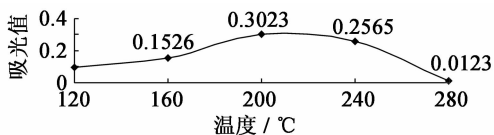


图2 分解温度与测定结果响应关系

2.3 释放温度的选择

催化后的热分解产物进入金质汞齐化器,对汞进行选择性吸附。吸附完毕后,对汞齐化器进行迅速加热,使其释放出汞。对同一海水样品在其他因素不变的条件下,只改变释放温度进行测定,经过试验,确定选用650℃较合适。测定数据见图3^[6]。

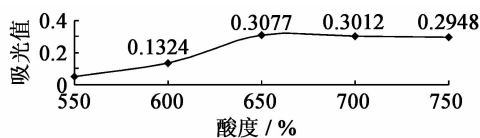


图3 释放温度与测定结果响应关系

2.4 标准曲线与方法检出限

(1) 将质量浓度为10 mg/L的汞标准使用液用体积浓度为2%的硝酸稀释成0, 1.0, 2.0, 4.0, 10.0和20.0 μg/L的标准溶液系列,用移液枪逐个将标准溶液移至DMA-80自动测汞仪内置样品盘内,按上述工作条件测定。以标准溶液质量浓度为横坐标,响应峰面积为纵坐标绘制标准曲线,测定结果列于表2。

表2 标准曲线测定结果

质量浓度/ (μg · L ⁻¹)	0	1.0	2.0	4.0	10.0	20.0
响应值	0.000 0	0.027 0	0.054 1	0.107 0	0.264 0	0.525 0

$$y = 0.026 2x + 0.001 \quad r = 0.999 9$$

(2) 对空白进行20次测定,计算平行测定结果的标准偏差SD=0.000 18,检出限=3SD/K,式中K为校准曲线的斜率。

该方法Hg的检出限=2 × 10⁻⁵ mg/L^[3]。

2.5 精密度与准确度

同一海水样品测定6次,加标回收试验稳定性较好,表明该方法稳定,准确度高,能满足测定需要。精密度和加标回收测定数据见表3。

表3 精密度和加标回收测定结果(n=6)

样品	测量值/ (μg · L ⁻¹)	相对标准 偏差/%	加标量/ (μg · L ⁻¹)	平均回收量/ (μg · L ⁻¹)	回收率/ %
1#海水	0.18	0.15	0.20	0.19	95.0
2#海水	0.32	0.10	0.30	0.31	103

2.6 样品分析实例

参加国家近岸海域水质实验室能力验证汞的比对,样品测量值为1.54 μg/L,样品真值为1.56 ± 0.36 μg/L,结果合格。

该方法采用DMA-80自动测汞仪直接测定海水中的痕量汞,不需要前处理,减少了试剂消耗、系统误差和样品在处理过程中的汞的损失。从而

能够减少试剂污染,保障分析人员的健康。操作简单,灵敏度高,结果准确,具有实用价值。

[参考文献]

- [1] GB/T 17378.4—2007 海洋监测规范(第4部分 海水分析)[S].
- [2] 国家环境保护总局《空气和废气监测分析方法》编委会. 空气和废气监测分析方法[M]. 4版. 北京:中国环境科学出版社,2003:28-29.

- [3] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 4版. 北京:中国环境科学出版社,2002:408-411.
- [4] 朱明华. 仪器分析[M]. 北京:高等教育出版社,2000:55-57.
- [5] 袁力,张涛,胡冠九,等. 环境监测操作技术指南[M]. 南京:河海大学出版社,2006:5-7.
- [6] 费学宁,贾堤,池志勇,等. 现代水质监测分析技术[M]. 北京:北京工业出版社,1997:11-13.

欢迎订阅《环境科技》杂志

中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)

《环境科技》是由江苏省环保厅主管,江苏省环境科学研究院、江苏省徐州市环境监测中心站联合主办的集学术性与实用性于一体的环境科学技术类期刊,为“中国科技论文统计源期刊”(中国科技核心期刊)。国内统一刊号:CN32-1786/X,国际标准刊号:ISSN1674-4829。

本刊为双月刊,大16开国际标准版,80页,每逢双月25日出版。国内订价(含邮费)订价8元/期,全年48元。全国各地邮局均可订阅,也可以直接向本刊编辑部邮购,欢迎有关单位和个人订阅。

办刊宗旨:

本刊以直接为环境污染防治实践服务为宗旨,重点报道环境科学最新实用技术、科研成果、治理开发及国内外最新信息与动态,内容涉及水、气、声、固等污染处理技术及清洁生产、生态保护等实用技术的推广应用。

常设栏目:

研究报告、污染防治、环境评价与规划、专论与综述、环境管理、环境论坛等,从多角度向读者介绍国内外环境保护新成果、新技术、新动态、新经验等。

读者对象:

对环境保护管理、科研院所、污染防治技术开发设计、环保产业、工矿企业等部门从事环保工作的管理和专业技术人员以及大专院校师生均有较强的参考价值。

订阅办法:

1. 当地邮局订阅:邮发代号:28-179
2. 邮局汇款:《环境科技》编辑部(收款单位名称)
地 址:徐州市黄河南路60号
邮 编:221002
3. 银行汇款:徐州市环境监测中心站(收款单位名称)
开 户 行:交行徐州分行营业部
账 号:323600660018170702621
4. 电 话:0516-82365781,0516-85635681
传 真:0516-85737126
电子信箱:jshjkj@126.com