

氢化物发生-原子吸收光谱法测定水中汞

赵秋华, 黄 健

(潍坊市环境监测中心站, 山东 潍坊 261041)

中图分类号: O 657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2000)04-0033-01

环境样品种类广, 测定项目多。因此, 挖掘实验室现有仪器的潜力, 对监测分析至关重要。今利用现有的氢化物发生装置代替汞还原器, 完成了原子吸收光谱法对环境诸多水样中痕量汞的测定。这种重新组合的方法^[1], 有着同样高的灵敏度和准确性。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

PE 1100 B 型原子吸收光谱仪; MHS-10 氢化物发生装置; 汞标准溶液: 临用时, 将 100 mg/L 汞标准贮备液用稀释溶液逐级稀释至 0.100 mg/L 汞标准溶液; 稀释溶液: 称取 0.2 g 重铬酸钾溶于 900 mL 水中, 加入浓硝酸 50 mL, 稀释至 1 000 mL; 20 g/L NaBH₄ 溶液(每 100 mL 中含 0.5 g NaOH)。

1.2 校准曲线

将原子吸收光谱仪与氢化物发生装置连接, 设定工作条件: 波长 253.9 nm, 灯电流 4 mA, 狭缝 0.7 nm, 峰面积积分, 积分时间 8 s, 氮 1.5 L/min。分别吸取 0.100 mg/L 汞标准溶液, 用稀释溶液配成一系列标准溶液。依次取此系列标液 5.0 mL 于氢化物发生装置内, 定时加入硼氢化钠溶液, 用氮气将汞蒸汽载入石英吸收管, 测定峰面积, 绘制校准曲线。试验表明, 在 0 μg/L ~ 5 μg/L 范围内呈良好的线性关系, γ 为 0.999 8。

1.3 水样分析

将水样充分摇匀, 吸取 25.0 mL 于 50 mL 锥形瓶中, 用高锰酸钾-过硫酸钾消解法进行消解。经消解的水样按照绘制校准曲线步骤测定。

2 结果与讨论

2.1 最佳试验条件选择

为取得最佳试验条件, 采用正交试验法, 以影

响较大的硼氢化钠浓度、氮气流量、加还原剂时间(以时间控制还原剂加入量)和积分时间 4 个因素, 各自选定 3 个水平, 用峰面积为考察指标进行了 9 次试验, 结果表明: 以 20 g/L 硼氢化钠溶液, 氮气流量 1.5 L/min, 加还原剂时间 8 s, 积分时间 12 s 时, 峰面积最大, 故选此为测定条件。

2.2 精密度与检测限

分别对 0.1 C (0.5 μg/L)、0.9 C (4.5 μg/L) 标准溶液和地表水水样, 每天平行测定 1 次, 共测 6 天, 其相对标准差在 1.5% ~ 5.9% 之间, 符合测定要求。用稀释溶液作空白, 共测定 12 次, 得检测限为 0.06 μg/L。

2.3 加标回收率

取各种水样进行加标回收测定, 并同时与冷原子吸收法作对比试验, 结果见表 1。

从表 1 可看出, 各种水样加标回收率在 92% ~ 104% 之间, 标样测定结果也在保证值范围内。本法与冷原子吸收法相比, 其相对误差小于 4%。

样品	本 法			冷原子 吸收法	相对 误差 / %
	测定值	加标量	测得值 回收率 / %		
自来水	0.53*	0.8	1.27	92	0.51 + 3.8
地表水	0.56*	0.8	1.33	96	0.58 - 3.6
污染地 表水	1.32	1.0	2.36	104	1.35 - 2.3
工业废水	2.28	2.0	4.30	101	2.22 - 2.6
标 样	9.4**				9.1 + 3.2

* 加入适量汞标准溶液, ** 保证值为 9.7 μg/L ± 1.1 μg/L。

[参考文献]

[1] 李绍南. 少量样品快脉冲火焰原子吸收光谱分析[J]. 分析化学, 1982, 10(6): 376.

收稿日期: 1999-10-21; 修订日期: 2000-03-08

第一作者简介: 赵秋华(1962-), 女, 山东潍坊人, 工程师, 大专。

本栏目责任编辑 李延嗣