

· 工作经验 ·

中国和美国冷原子吸收分光光度法测汞的比较

徐非, 谢争

(上海市环境监测中心, 上海 200030)

摘要:我国已加入 WTO, 国际间的合作日益加强。环境监测部门不仅要了解本国本行业的规范, 还应了解世界, 了解国外的标准分析方法。对中国和美国的 4 种冷原子吸收分光光度法测定汞作了比较; 提出用冷原子吸收分光光度法测定汞时, 应按照不同的样品及不同的要求, 选择合适的方法以实现质量控制的要求。

关键词:汞; 冷原子吸收分光光度法; 中国; 美国

中图分类号: O657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2003)02-0033-02

Comparison of Hg's Detection Method by Cold-vapour Atomic Absorption Spectrophotometry between China and America

XU Fei, XIE Zheng

(Shanghai Environmental Monitoring Center, Shanghai 200030, China)

Abstract: It is important to find out foreign analysis methods in environmental monitoring. Four Hg's detection method by cold-vapour atomic absorption spectrophotometry used in China and America were compared. When to detect Hg using above methods, it should use suitable method according to the difference of each samples and monitoring need.

Key words: Hg; Cold-vapour atomic absorption spectrophotometry; China; America

汞作为环境污染要素已成为环境监测部门的重要监测对象。冷原子吸收分光光度法是应用最广泛的测汞的方法。我国已加入 WTO, 国际间的合作日益加强。因此, 环境监测部门不仅要了解本

国本行业的规范, 还要了解世界, 了解国外的标准分析方法。现对中国和美国的 4 种冷原子吸收分光光度法测定汞作一比较。中国国家标准 GB 7468-87^[1]冷原子吸收分光光度测汞法, 见表 1。

表 1 中国 GB 7468-87 冷原子吸收测汞法

适用范围	样品保存	干扰因子	线性范围 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	检测限 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$
饮用水, 地表水, 地下水, 生活污水, 工业废水	加 HNO_3 至 $\text{pH} < 2$, 并加 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 使在水样中的含量为 0.05%, 硅硼玻璃瓶, 15 d 以上	碘离子 $> 3.8 \text{ mg/L}$, 大量洗涤剂与含不饱和芳香族有机物	0.025 ~ 0.25 0.5 ~ 4	0.000 1 (以重复测定 6 个实验室空白而得)
全程空白	校准点 ^①	准确度与精密度		稀释法则
每分析一批样品, 同时做 2 个空白, 并将采样所加试剂考虑在内		样品浓度 $\leq 0.001 \text{ mg/L}$ 时, 加标回收率在 85% ~ 115%, $\text{RD} \leq 30\%$; 样品浓度在 0.001 mg/L ~ 0.005 mg/L 时, 回收率在 90% ~ 110% 之间, $\text{RD} \leq 20\%$; 样品浓度 $\geq 0.005 \text{ mg/L}$ 时, 回收率为 90% ~ 110%, $\text{RD} \leq 15\%$		清洁水样取 20 mL, 按比例加入试剂消解, 不稀释定容, 全部倾入汞还原器中测定

①在分析过程中用校准曲线中间浓度点作为校准点对样品进行质量控制, 校准点的测定值在控制范围内, 再测定样品。表 2、表 3、表 4 均同。

固体废物物理化学评价测试方法, 简称 SW-846 方法中 7470A/7471A^[2]冷原子吸收分光光度测汞法, 见表 2。

收稿日期: 2002-11-10; 修订日期: 2003-01-18

作者简介: 徐非 (1976—), 女, 上海人, 助理工程师, 学士, 主要从事环境和污染源中水质、土壤、大气的重金属监测工作。

表2 SW-846方法中7470A/7471A冷原子吸收测汞法

适用范围	样品保存	干扰因子	线性范围 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	检测限 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$
土壤, 沉积物, 污泥, 地下水, 工业及有机废弃物	加 HNO_3 至 $\text{pH}<2$, 玻璃或聚乙烯瓶, 4°C , 28 d	硫化物 $>20\text{ mg/L}$, 铜 $>10\text{ mg/L}$	0.5~10	0.0002 (用至少3份为检测限3~5倍浓度溶液测得)
全程空白	校准点 ^①	准确度与精密密度	稀释法则	
每组样品(不超过20个)制备并分析1个空白, 校准曲线应包含此空白值	每分析10个样品, 测定1次校准点, 其值不在 $\pm 20\%$ 范围内, 重新分析样品	每组样品(不超过20个)做平行样和加标样各1个, 回收率在75%~125%之间, RD在 $\pm 20\%$ 以内	样品稀释后, 浓度应高出检测限25倍, 如浓度未高出10倍或稀释前后的测定值相差10%以上, 做加标试验	

美国水和废水化学分析方法, 简称EPA方法表3。
中245.1/245.5^[3]冷原子吸收分光光度测汞法, 见

表3 EPA 245.1/245.5冷原子吸收测汞法

适用范围	样品保存	干扰因子	线性范围 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	检测限 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$
土壤, 沉积物, 污泥, 饮用水, 地表水, 地下水, 海水, 工业废水, 生活污水	加 HNO_3 至 $\text{pH}<2$, 玻璃或聚乙烯瓶, 28 d	硫化物 $>20\text{ mg/L}$, 铜 $>10\text{ mg/L}$, 氯化物与挥发性有机物, 大量沉淀物	0.5~10	0.0002 (用7份空白重复测定而得)
全程空白	校准点 ^①	准确度与精密密度	稀释法则	
每组含相同基体样品(不超过20个)制备并分析同步试剂空白1个, 空白值误差在 $\pm 10\%$ 以外, 或大于检测限2.2倍, 找原因重新制备和分析空白	每分析10个样品, 测定1次校准点, 其值不在 $\pm 20\%$ 范围内, 重新分析样品。	每10个样品, 对低含量汞样加标1个, 回收率在70%~130%之间	所有固体样品1式3份分析	

美国水分析标准方法中3500-HgB^[4]冷原子吸收分光光度测汞法, 见表4。

表4 美国水分析标准3500-HgB冷原子吸收测汞法

适用范围	样品保存	干扰因子	线性范围 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	检测限 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$
饮用水, 地表水, 地下水, 含盐水, 废水	加 HNO_3 至 $\text{pH}<2$, 玻璃或聚乙烯瓶, 4°C , 28 d	挥发性有机物	1~5	0.001 (用7份接近检测限的同一溶液测得)
全程空白	校准点 ^①	准确度与精密密度	稀释法则	
每9个样品分析空白1个, 每20个样品或更新试剂均需做空白分析, 空白值大于检测限, 重新处理样品并更换试剂和器皿再分析	每分析9个样品, 测定1次校准点, 其值不在 $\pm 5\%$ 范围内, 可能存在问题, 不在 $\pm 10\%$ 范围内, 要重新分析样品	每10个样品做平行样和加标样各1个, 回收率在85%~115%之间	每稀释1个样品(以1:1000), 分析稀释前后的样品, 并比较其结果	

冷原子吸收分光光度法测定汞是一种较成熟的分析方法, 具有灵敏高度、准确、快速、仪器简单等特点。归纳与比较中国国家标准方法与美国的几种标准方法, 有助于分析人员用冷原子吸收分光光度法测汞时, 按照不同的样品及不同的要求, 选择合适的方法, 对样品进行分析和有效的质量控制。

[参考文献]

- [1] GB 7468-87, 水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法[S].
- [2] U.S. Environmental Protection Agency. Cold-Vapor Atomic Absorption Spectroscopy Method 7470A/7471A, SW-846 Test Methods for Evaluating Solid Wastes[S]. 3rd Edition, 1994.
- [3] Available from the EPA Sample Control Center. Results of the EPA Method 1631 Validation Study[M]. 1996.
- [4] United States Army Corps of Engineers. Methods Compendium for Inorganic and Organic Methods[M]. Appendix 1, 1997.