

工业废水中痕量汞的直接测定

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 型直接测汞仪测定工业废水中的痕量汞, 优化了干燥时间、分解温度、释放温度等试验条件。方法在 $0 \mu\text{g/L} \sim 600 \mu\text{g/L}$ 范围内线性良好, 检出限为 $5.0 \times 10^{-5} \text{mg/L}$, 工业废水样品平行测定的 RSD 0.2% , 加标回收率为 $96.7\% \sim 105\%$ 。

关键词:汞; DMA - 80 型直接测汞仪; 工业废水

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2010)03-0048-02

Direct Determination of Trace Mercury in Industrial Wastewater

WANG Dong-jin

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

Abstract: Trace mercury in industrial wastewater was directly determined with DMA - 80 automatic mercury analyzer. The experimental condition was optimized such as dry time, decomposition temperature and release temperature. A good linearity was in range from $0 \mu\text{g/L}$ to $600 \mu\text{g/L}$. The detection limit was $5.0 \times 10^{-5} \text{mg/L}$. The RSD of parallel test of industrial wastewater samples was 0.2% . The spiked recoveries were between 96.7% and 105% .

Key words: Mercury; DMA - 80 automatic mercury analyzer; Industrial wastewater

传统的测汞方法是含汞样品消解处理后, 用原子吸收法测定。由于汞元素易挥发, 在消解过程中可能会损失, 造成分析结果不准确。此外, 汞元素对人体伤害极大, 一旦被人体吸收, 将永久不可逆地沉积到骨骼上, 对健康造成极大威胁^[1-2]。因此, 工业废水中痕量汞的快速、准确测定具有重要意义。今采用 DMA - 80 型直接测汞仪测定工业废水中的痕量汞, 样品不用湿化学处理, 可以减少损失, 降低系统误差, 避免对分析人员的身体健康产生危害。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

DMA - 80 型直接测汞仪, 含触摸屏计算机 (CPU 133 M、16 M 内存、Windows 95 操作系统), 内置 40 位自动进样样品盘, 北京莱伯泰科仪器有限公司; 移液枪 (量程为 $0 \mu\text{L} \sim 1\,000 \mu\text{L}$)。

100 mg/L 汞标准储备液, 国家环境保护部标

样研究所; 10.0 mg/L 汞标准使用液, 用 2% 硝酸溶液将标准储备液稀释而成; 硝酸, 优级纯; 试验用水为去离子水。

1.2 测量原理

用移液枪将样品移入镍舱, 送进热分解炉中, 经加热, 样品先干燥, 后被热分解。氧气将热分解产物送入石英管, 其尾部装有催化剂, 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, 对汞进行选择性的吸附。吸附完毕, 对汞齐化器迅速加热, 使汞释放出来, 汞蒸气通过测量池测定, 测量线性范围为 $0.04 \text{ng} \sim 500 \text{ng}$ ^[3]。

1.3 测量条件

进样体积 $800 \mu\text{L}$; 光源为低压汞灯; 波长 253.65nm ; 检测器为硅紫外光电探测器。仪器工

收稿日期: 2009 - 12 - 08; 修订日期: 2010 - 03 - 29

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

作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

Table 1 Working conditions of instrument

步骤	时间 t/s	温度 /	备注
1	15	200	斜坡升温
2	60	200	恒温
3	25	650	斜坡升温
4	120	650	恒温

2 结果与讨论

2.1 试验条件优化

2.1.1 干燥时间

干燥时间是干燥工业废水样品所需的时间。时间太短,样品干燥不完全;时间太长,会造成汞损失。试验表明,15 s 的干燥时间较合适^[4]。

2.1.2 分解温度

为了使工业废水样品分解完全,又使汞不损失,选择合适的分解温度至关重要。考察了分解温度对测定的影响,结果表明 200 较合适。分解温度对吸光值的影响见图 1。

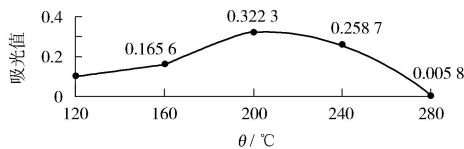


图 1 分解温度对吸光值的影响

Fig 1 Effect of decomposition temperature on absorbance

2.1.3 释放温度

催化后的热分解产物进入金质汞齐化器,对汞选择性吸附后,需迅速加热以释放汞。考察了释放温度对测定的影响,结果表明 650 较合适。释放温度对吸光值的影响见图 2^[5-6]。

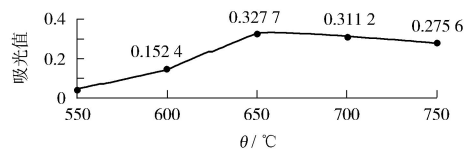


图 2 释放温度对吸光值的影响

Fig 2 Effect of release temperature on absorbance

2.2 标准曲线与方法检出限

将 10.0 mg/L 汞标准使用液用 2% 硝酸溶液稀释成 0 μg/L、1.00 μg/L、10.0 μg/L、50.0 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、600 μg/L 标准溶液系列,用移液枪逐个移取适量于测汞仪镍舱内,在上述条件下测定。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,回归方程为 $Y = 0.0460X + 0.005$, 相关系数 $R = 0.9999$ 。

在上述试验条件下,对空白溶液平行测定 20 次,计算测定结果的标准偏差 SD,按 $3SD/K$ 得方法检出限为 $5.0 \times 10^{-5} \text{ mg/L}^{[7-8]}$ 。

2.3 精密度与加标回收试验

在上述试验条件下,对工业废水样品平行测定 6 次,并做加标回收试验,结果见表 2。

表 2 精密度与加标回收试验结果 (n=6)

Table 2 Precision and spiked recovery (n=6)

工业废水	测定值 / (μg · L ⁻¹)	RSD / %	加标量 / (μg · L ⁻¹)	平均回收量 / (μg · L ⁻¹)	回收率 / %
1	0.170	0.2	0.200	0.210	105
2	0.300	0.1	0.300	0.290	96.7

3 结语

采用 DMA - 80 型直接测汞仪测定工业废水中的痕量汞,样品不需要前处理,方法操作简便,灵敏度高,精密度与准确度均符合要求。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 17378.4 - 2007 海洋监测规范 第 4 部分:海水分析[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [2] 董敏茹. 氢化物发生 - ICP/AES 测定石化废水中 As、Pb、Hg [J]. 环境监测管理与技术,2004,16(4): 33 - 34.
- [3] 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: 408 - 411.
- [4] 袁力. 环境监测操作技术指南[M]. 南京:河海大学出版社,2006: 5 - 7.
- [5] 朱明华. 仪器分析[M]. 北京:高等教育出版社,2000: 30 - 35.
- [6] 王冬进. 利用 DMA - 80 自动测汞仪直接测定海水中痕量汞 [J]. 环境监控与预警,2010,1(1): 24 - 26.
- [7] 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: 28 - 29.
- [8] 方邢有,邵秋荣,张文. ICP/AES 法测定防腐处理后木材中可溶性铜铬砷 [J]. 环境监测管理与技术,2009,21(6): 56 - 57.