

双道原子荧光同时测定海水中痕量砷和汞

沈志群

(南通市环境监测中心站,江苏 南通 226001)

摘要:建立了双道原子荧光同时测定海水中痕量砷和汞的方法。在试验条件下,砷和汞测定的相对标准偏差 4.0%,加标回收率在 92.0%~104%之间。方法操作简便,灵敏快速,适用于海水及其他水体中砷和汞的测定。

关键词:双道原子荧光;砷;汞;海水;测定

中图分类号:O657.31 **文献标识码:**B **文章编号:**1006-2009(2005)06-0030-02

To Detect Trace Arsenic and Mercury in Sea Water in the Same Time with Dual Channel Atomic Fluorescence

SHEN Zhi-qun

(Nantong Environmental Monitoring Station, Nantong, Jiangsu 226001, China)

Abstract: To study the method to detect trace arsenic and mercury in sea water in the same time with dual channel atomic fluorescence. Under test condition, the relative standard deviation was less 4.0%, sample recovery rate was between 92.0%~104%. This method was simple, sensitive and fast, and was suitable for detection of arsenic and mercury in water.

Key words: Dual channel atomic fluorescence; Arsenic; Mercury; Sea water; Detect

海水中砷和汞的测定,目前已有分光光度法、原子吸收光谱法和原子荧光光谱法等多种方法^[1,2]。今采用双道原子荧光同时测定海水中痕量砷和汞,方法操作简便,灵敏快速,抗干扰,适用于包括海水在内的各种环境水体中砷和汞的测定。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

AFS-830双道原子荧光分光光度计;高性能原子光谱灯(北京万拓仪器有限公司);恒温水浴锅。2.8 g/L 溴酸钾-10 g/L 溴化钾溶液;7 g/L 硼氢化钾-2 g/L 氢氧化钾溶液;100 g/L 硫脲溶液;标准贮备液砷 500 mg/L,汞 100 mg/L(国家环保总局标准样品研究所);标准使用液砷 100 μg/L,汞 10 μg/L,用 5%盐酸溶液逐级稀释而成;盐酸(优级纯)。

1.2 仪器操作条件

灯电流砷 60 mA,汞 80 mA;负高压 270 V;原子化器高度 8.0 mm;氩载气流量 400 mL/min;屏

蔽气流量 1 000 mL/min;数据时间 10 s;测定方式为标准曲线法;积分方式为峰面积积分。

1.3 试验方法

准确吸取 20 mL 海水样于 50 mL 比色管中,加入盐酸 2.0 mL 和 2.8 g/L 溴酸钾-10 g/L 溴化钾溶液 1.0 mL,摇匀,在沸水浴中加热消解 10 min,取下冷却至室温,再加入 100 g/L 硫脲溶液 2.0 mL,用水稀释至 25 mL,混匀,放置 20 min 后,以 5%盐酸溶液作载流,按仪器操作条件上机测定,同时测定全程序空白。

2 结果与讨论

2.1 酸与氧化剂

用酸与氧化剂消解海水样,是将其中无机和有机各种形态的砷和汞转化为 As^{5+} 和 Hg^{2+} 。使用的酸以盐酸为佳,氧化剂必须有色,便于以褪色与

收稿日期:2005-03-22;修订日期:2005-08-24

作者简介:沈志群(1963—),女,江苏南通人,工程师,大学,主要从事光谱分析工作。

否控制其加入量及还原剂的加入量。氧化剂多采用高锰酸钾,该试验改用更稳定的 2.8 g/L 溴酸钾 - 10 g/L 溴化钾溶液。测定时取海水样 20 mL,加入盐酸 2.0 mL 和 2.8 g/L 溴酸钾 - 10 g/L 溴化钾溶液 1.0 mL,置于沸水浴中加热 10 min,测试结果最为稳定和准确。用作载流的盐酸溶液的体积分数范围为 5% ~ 10%,该试验选择 5%。

2.2 还原试剂

试验用的还原试剂有两种。先用硫脲将消解的海水样中的 As^{5+} 还原为 As^{3+} ,再用硼氢化钾将 As^{3+} 和 Hg^{2+} 还原为 AsH_3 和 Hg^0 原子蒸汽,进入氩 - 氢火焰测定。硼氢化钾溶液的最佳质量浓度对砷为 7.0 g/L ~ 20 g/L,对汞为 0.5 g/L ~ 5.0 g/L,考虑到两种元素同时测定,选择硼氢化钾溶液质量浓度为 7.0 g/L。

2.3 标准曲线

准确吸取砷和汞标准使用液各 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、2.50 mL 于 50 mL 容量瓶中,用 5% 盐酸溶液定容,摇匀,配制混合标准溶液系列,其中砷 0.00 $\mu\text{g/L}$ ~ 5.00 $\mu\text{g/L}$,汞 0.00 $\mu\text{g/L}$ ~ 0.50 $\mu\text{g/L}$ 。按照仪器操作条件上机测试,线性回归方程砷 $Y = 4.99 + 73.72c$, $r = 0.9992$;汞 $Y = 5.30 + 1.173.18c$, $r = 0.9995$ 。

2.4 共存基体元素的干扰

海水中的基本元素 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} ,可形成氢化物的 Bi^{3+} 、 Sb^{3+} 、 Sn^{4+} 、 Te^{4+} ,以及过渡元

素 Cu、Ni、Co 对测定均有不同程度的干扰。加入 100 g/L 硫脲溶液 2.0 mL,不仅可以将 As^{5+} 还原为 As^{3+} ,还可将上述金属离子完全掩蔽,消除测定干扰。

2.5 检出限

连续测定试剂空白溶液 11 次,以 3 倍标准偏差除以标准曲线斜率计算得出检出限砷为 0.20 $\mu\text{g/L}$,汞为 0.020 $\mu\text{g/L}$ 。

2.6 水样测定精密度与准确度

对 3 个海水样品作精密度和加标回收试验,重复测定 6 次,相对标准偏差 4.0%,回收率在 92.0% ~ 104% 之间,测定结果见表 1。用该方法测定砷和汞标准样品(国家环保总局标准样品研究所),测定值均在保证值范围内。

表 1 海水样品测定精密度与准确度

样品	测定值 / ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)		加标量 / ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)		回收率 / %		RSD / %	
	砷	汞	砷	汞	砷	汞	砷	汞
1	0.45	0.03	1.00	0.10	95.0	96.0	3.1	1.9
2	0.54	0.04	1.00	0.10	103	92.0	2.2	3.1
3	0.85	0.03	1.00	0.10	93.0	104	4.0	2.8

[参考文献]

- [1] GB 17378 - 1998,海洋监测规范[S].
- [2] 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].第四版,北京:中国环境科学出版社,2002.308 - 311,359 - 361.

· 书讯 ·

《景区环境影响评价》

ISBN 7 - 5025 - 7097 - 7,石强 李科林 廖科 编著,16开,化学工业出版社 2005 年 7 月出版发行,25.00 元

该书结合了环境科学、旅游学、生态学等相关的基础学科知识,参考了国内外大量最新的文献资料及我国环境影响评价法和评价导则,立足于教学和实践工程项目,较为系统地介绍了景区环境影响评价的程序和方法,尤其对动物、植被、环境容量、景观评价作了详细的叙述,旨在为从事环境教育和环境评价工作的学者提供一本教材和参考书。全书共分 11 章。第一章为概述,主要介绍了景区环境及景区环境影响评价基本概况;第二章 ~ 第八章主要介绍了景区环境现状调查和评价方法、影响预测和评价方法(分别为空气、水体、植被、土壤、野生动物、景观和环境容量);第九章为综合评价,将各环境要素的影响从总体上综合起来,对环境影响进行定性或定量的评定;第十章为评价报告书的编制;第十一章为实例研究,以世界自然遗产张家界国家森林公园为例作全面的评价分析。该书可供环境影响评价工作者、旅游景区环境工作人员参考,也可作为高等院校相关专业的教材和教学参考书。