

MAX-L 冷原子吸收汞分析仪测定水质和环境空气中的总汞

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

摘要:

本文参考 HJ910-2017 建立金膜富集-冷原子吸收分光光度法直接测定环境空气中的气态汞。空气采样器采样, 环境空气中的汞被金膜富集管吸附, 通过 MAX-L 测定富集管中的汞含量。相对标准偏差 RSD 为 0.33~1.32%, 加标回收率为 93.0~101%。结果表明, 该方法具有操作简单、快速高效、检出限低等优点, 可用于环境空气中汞含量的批量分析。参考 HJ597-2011 测定水质中的总汞, 对水质中的痕量汞进行测定, 当水质总汞含量 5 到 10ppt 时, 测量的相对标准偏差为 0.93~2.29%。测量结果表明, 仪器准确度高、精密度好、测量速度快, 非常适合测定地表水、地下水、饮用水、生活污水及工业废水中总汞的测定。

关键词: 金膜富集 冷原子吸收分光光度法 环境空气 水质 总汞

1、前言

汞是一种剧毒、人体非必需元素, 汞可以在生物体内积累, 很容易被皮肤以及呼吸道和消化道吸收, 对神经系统产生严重危害。我国 GB3095-2012《环境空气质量标准》中规定环境空气中汞的浓度限值为 $50\text{ng}/\text{m}^3$ 。

GB5749-2006《生活饮用水卫生标准》和 GB2762-2012《食品安全国家标准 食品中污染物限量》中规定自来水和矿泉水中汞的浓度限值为 $0.001\text{mg}/\text{L}$ 。汞及其化合物, 通过呼吸道、皮肤接触等途径进入人体积累, 从而引起慢性中毒,

因此对环境空气和水质中汞的监测十分重要。2018 年 4 月 1 日正式实施的 HJ910-2017 环境空气气态汞的测定金膜富集/冷原子吸收分光光度法, 不需要任何的前处理, 操作简单, 空气采样器采样将空气中的气态汞富集在金膜富集管中, 直接采用 MAX-L 直接测定。操作简单, 分析速度快, 高温恒定双吸收池消除了汞的记忆效应, 测定结果准确, 精密度高。参照 HJ597-2011 水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法对各类水质中的总汞进行测定也取得了非常好的结果。MAX-L 非常适合用于环境空气中气态汞和水质中总汞的测定。



北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址: 北京顺义区空港工业区B区安庆大街6号
电话: 010-80486450
传真: 010-80486354

2、实验部分

2.1 主要仪器与试剂

MAX-L 冷原子吸收汞分析仪（北京莱伯泰科公司）

金膜富集管（意大利 MILESTONE 公司）

空气采样器（意大利 MILESTONE 公司）

GBW(E)080124 汞单元素标准溶液 100mg/L

高纯氮气：纯度位 99.999%

氯化亚锡：20g 氯化亚锡溶于 20mL 盐酸，加热溶解后定容于 1000mL 容量瓶

洗液：2% 盐酸溶液

其他实验室常用试剂

实验室用水为超纯水。

2.2 标准曲线的配制

按照 HJ910-2017 的方法，制备汞标准富集管，低浓度标准系列分别为 0、1、2、5、10、15、20ng，高浓度汞标准系列分别为 25、50、100、200、500、1000ng。标准富集管的含量可以根据需要配制。

按照 HJ597-2011 的方法，制备汞标准溶液，低浓度汞含量分别为 0、0.5、1、2、5、10、15ng，高浓度汞含量分别为 0、25、50、100、200、500、800ng。也可以根据实际情况进行配置。

2.3 仪器工作条件

HJ910-2017 工作条件，氮气压力：0.6MPa；解析温度：900℃；解析时间：12s。常规金膜富集管，采样前，对金膜富集管进行处理，马弗炉 750℃烧 3h，去除汞残留，冷却后及时密封，才可以进行大气采样。MAX-L 可以采用更快速的方法将金膜富集管中的汞残留清除干净，将时间由 3 小时缩短至一两分钟。

Sample (ID)	Weight (g)	Status / Date	Height	Hg (ng)
Au-Col 1	Au BW nach 3h750°C	1.0000g 28.06.18 13:24	✓ 29.06.18 13:44	0.0069 0.0436
Au-Col 2	Au BW nach 3h750°C	1.0000g 28.06.18 13:24	✓ 29.06.18 13:49	0.0048 0.0303
Au-Col 3	Au BW nach 3h750°C	1.0000g 28.06.18 13:24	✓ 29.06.18 13:54	0.0045 0.0281
Au-Col 1	Ausheizen 1x	1.0000g 06.07.18 09:55	✓ 06.07.18 10:00	0.0105 0.0662
Au-Col 2	Ausheizen 1x	1.0000g 06.07.18 09:58	✓ 06.07.18 10:09	0.0036 0.0229
Au-Col 3	Ausheizen 1x	1.0000g 06.07.18 09:58	✓ 06.07.18 10:19	0.0035 0.0222
Au-Col 1	Ausheizen 2x	1.0000g 06.07.18 10:28	✓ 06.07.18 10:29	0.0019 0.0122
Au-Col 2	Ausheizen 2x	1.0000g 06.07.18 10:29	✓ 06.07.18 10:38	0.0016 0.0100
Au-Col 3	Ausheizen 2x	1.0000g 06.07.18 10:29	✓ 06.07.18 10:47	0.0014 0.0088
Au-Col 1	Ausheizen 3x	1.0000g 06.07.18 11:03	✓ 06.07.18 11:04	0.0012 0.0074
Au-Col 2	Ausheizen 3x	1.0000g 06.07.18 11:04	✓ 06.07.18 11:13	0.0008 0.0053
Au-Col 3	Ausheizen 3x	1.0000g 06.07.18 11:04	✓ 06.07.18 11:22	0.0010 0.0062

图 1 马弗炉 750°C 烧 3h 与 MAX-L 去除吸附管中汞残留数据对比

从图中数据可以看出，MAX-L 将汞富集管中的汞残留降低只需要几分钟的时间，而且残留量比在马弗炉中烧 3h 还要低很多，大大降低了我们的准备工作时间。

HJ597-2011 工作条件：吹扫时间：20s；载液增补时间：15s；载气增补时间：15s；解析时间：6s；读数时间：28s；清洗时间：30s。具体工作条件可以根据需要具体调整。

2.4 准确度及精密度实验（HJ597-2011）：

对同一有值样品（10ppt）进行 6 次重复测量，测定其准确度和精密度，测量结果见表 1。
对同一样品（饮用水）进行多次重复测量，测定其长期稳定性及精密度，测量结果见图 2。
两次测量的准确度与精密度结果见表 2。

表 1 准确度与精密度测量结果

测量次数	样品体积/mL	峰面积	含量 (ng)	测得值 (ng/L)
1	2.999	0.0724	0.0318	10.5910
2	2.999	0.0684	0.0311	10.3712
3	2.999	0.0697	0.0314	10.4572
4	2.999	0.0693	0.0316	10.5432
5	2.999	0.0682	0.0317	10.5647
6	2.999	0.0684	0.0311	10.3712

Pos	Samplename	Volume	State	Area	Hg [ng]	[ng/L]
1 (1)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0148	0.0262	5.2428
1 (2)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0149	0.0263	5.2611
1 (3)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0138	0.0250	5.0020
1 (4)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0159	0.0276	5.5233
1 (5)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0138	0.0250	5.0022
1 (6)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0153	0.0266	5.3148
1 (7)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0143	0.0257	5.1403
1 (8)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0158	0.0274	5.4712
1 (9)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0157	0.0271	5.4191
1 (10)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0139	0.0255	5.0984
1 (11)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0147	0.0262	5.2384
1 (12)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0150	0.0265	5.2909
1 (13)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0146	0.0261	5.2121
1 (14)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0139	0.0255	5.0984
1 (15)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0155	0.0267	5.3390
1 (16)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0143	0.0256	5.1166
1 (17)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0137	0.0248	4.9541
1 (18)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0143	0.0257	5.1466
1 (19)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0150	0.0264	5.2743
1 (20)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0147	0.0262	5.2428
1 (21)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0143	0.0255	5.1063
1 (22)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0141	0.0257	5.1403
1 (23)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0138	0.0250	5.0020
1 (24)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0153	0.0265	5.3027
1 (25)	Drinking Water	5.003ml	✓	0.0153	0.0267	5.3357

图 2 饮用水测量 25 次结果

表 2 两次测量的准确度与精密度

样品	测量次数	平均值 (ng/L)	标准偏差 (ng/L)	相对标准偏差/%
1 (10ppt)	6	10.48	0.10	0.93
2 (饮用水)	25	5.19	0.13	2.29

2.5 精密度及加标回收实验(HJ910-2017):

采用金膜富集管收集一定量的汞蒸气 (10ng、100ng、1000ng)，同一含量汞做 6 个金膜富集管，然后用 MAX-L 进行测量，测量结果见表 3。按照 HJ910-2017 要求的采样方法同时对 3 个采样点分别连续采样 7 次，6 个加标金膜富集管，1 支空白金膜富集管，同时做空白实验。检测结果见表 4，测定结果的相对标准偏差为 1.17~1.32%，样品的加标回收率为 93.0~101%，该方法具有良好的精密度和准确度。当采样量为 60L 时，4 个采样点汞的浓度分别为 0.0193，0.0257，0.0362ng/L 满足国家标准要求。

表 3 对一定含量的金膜富集管进行测定的精密度及加标回收率

样品	测量结果 (ng)	平均值 (ng)	相对标准偏差 /%	平均回收率/%
10ng	9.92 9.89 9.87	9.88	0.42	98.8
	9.94 9.85 9.83			
100ng	99.4 99.6 98.7	98.9	0.53	98.9
	98.5 98.4 99.3			
1000ng	991 992 989	991	0.33	99.1
	995 994 986			

表 4 精密度试验和加标回收试验结果

采样点	本底值/ (ng)	加标值 / (ng)	测定值/ (ng)	平均值/ (ng)	RSD/%	回收率 /%
1	1.16	1	2.05 2.08 2.11	2.09	1.32	93.0
			2.12 2.11 2.07			
2	1.54	2	3.44 3.46 3.51	3.49	1.21	97.5
			3.56 3.48 3.50			
3	2.17	5	7.23 7.25 7.14	7.22	1.17	101
			7.10 7.28 7.32			

3 结论

MAX-L 冷原子吸收汞分析仪是根据氯化亚锡还原—冷原子吸收的原理设计的新型汞分析仪，MAX-L 符合众多国内外相关的标准方法，可以准确检测水样及消解后样品中汞的含量。MAX-L 集成了多项强大的特性，可实现同步清洗、高汞保护、自动浓缩、自动稀释等多项功能，MAX-L 具有线性范围宽(0-10ppm)，检出限低(0.1ppt)，分析速度快(1min)，操作简便、性能可靠等多项优点。非常适合 HJ597-2011 中地表水、矿泉水、废水等汞含量的检测。MAX-L 冷原子吸收汞分析仪是化学家们在进行痕量汞分析检测时很好的选择。另外，MAX-L 还可根据标准 HJ910-2017 进行环境空气中汞含量的测定。MAX-L 具有 120 度的恒温双吸收池，可以消除空气中各种酸性气体和水蒸气的影响。恒温系统，消除电压、温度等波动引起的信号漂移，具有良好的稳定性。该方法操作简单，测定结果快

速、准确。满足当前环境监测中测定环境空气中气态汞含量的要求。

参考方法:

HJ910-2017 环境空气 气态汞的测定 金膜富集/冷原子吸收分光光度法

HJ597-2011 水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法

撰稿人: 唐江红