

# 热解-金丝富集法冷原子吸收测汞仪 测定生物样品中的痕量汞

孟素玲<sup>1</sup>, 陈令娟<sup>2</sup>, 卫敬生<sup>3</sup>

(1. 山东冶金地质勘查局地质测试中心, 山东 潍坊 261021; 2. 山东正元建设工程责任有限公司中心实验室, 山东 济南 250014; 3. 中国地震局分析预报中心, 北京 100037)

**摘要:**生物样品经高温热解, 汞及大量热解气体一同释出。以 NaOH 和 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 为吸附剂, 消除酸性及还原性气体的干扰; 以覆盖黄土, 减缓燃烧过程, 消除烟尘及气溶胶的干扰, 利用金丝捕汞管吸附热解气体中的汞气, 以此测定生物样品中的汞含量。方法快速、简便、使用性强, 尤其适合地矿行业应用。

**关键词:**冷原子吸收; 生物样品; 测汞

**中图分类号:** O614.24<sup>+</sup>3; O657.31

**文献标识码:** A

使用冷原子吸收测汞仪分析生物样品中的汞一般采用湿法<sup>[1]</sup>, 即将样品酸溶, 令汞以离子态进入溶液, 再将其还原为原子态溢出液面, 导入仪器。这种方法避免了干扰气体的产生<sup>[2-4]</sup>, 但样品的预处理消解过程烦琐, 检出限不理想。

直接高温热解生物样品, 产生的干扰物质不仅是气体, 还有因燃烧不完全而产生的微粒炭、烟尘、以及气溶胶体, 他们以不同形式严重干扰测量过程<sup>[5]</sup>。

使用金丝捕汞管吸附热解气体中的汞, 可以排除干扰气体, 但无法排除微粒炭、烟尘、以及气溶胶体的干扰; 而在样品上覆盖黄土, 减缓热释速度, 使样品充分燃烧, 有效抑制微粒炭、烟尘、以及气溶胶体的产生。实现了使用金丝捕汞管富集方式准确分析样品中的汞。这一方式操作简单、快速, 成本低, 精密度好, 显著优于湿法。

## 1 实验部分

(1) 仪器与装置: 仪器采用 RG-1D 单波长冷原子吸收测汞仪, 586 计算机及 Windows98, RG-1 专用软件(图 1)。

(2) 主要试剂: NaOH (A. R.), Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (A. R.),

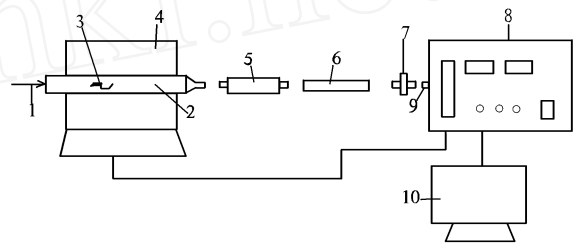


图 1 生物样品热解-金丝富集实验装置示意图

1—载气入口; 2—热解石英管; 3—石英舟(样品); 4—热解炉; 5—吸附柱; 6—金丝捕汞管; 7—静电滤纸; 8—RG-1D 测汞仪; 9—吸收室入口; 10—计算机

100 目脱汞黄土。

(3) 实验方法: 样品置于石英舟, 压实并覆盖经高温脱汞后的 100 目黄土, 并沿石英舟壁刮平, 置于已升温至 7000 的热解炉中, 空气流量 0.5L/min, 热解时间 40s。抽气后热解气体通过吸附柱中的 NaOH, Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 静电滤纸进入金丝捕汞管, 完成样品中汞的富集。金丝捕汞管热释分析条件: 炉温 800、预热 30s。

## 2 结果与讨论

生物样品热解产生的干扰物质主要有两大类: 第一是氧化完全的酸酐气体及氧化不完全的还

收稿日期: 2006-05-12; 修订日期: 2007-01-10; 编辑: 孟舞平

作者简介: 孟素玲(1962-), 女, 山东寿光人, 工程师, 主要从事化学分析与研究工作。

原性气体,它们可以通过化学吸附方法消除干扰。

第二是由于载气中氧气不足,燃烧不完全而产生的炭化颗粒、烟尘、直至气溶胶体,它们严重干扰原子吸收且不能通过化学吸附方法排除。样品上覆盖黄土,以延缓燃烧速度,使产生的烟尘逐渐溢出黄土表面,并被陆续进入的载气中的氧充分燃烧,使烟尘与炭颗粒大幅度减少,以此可消除干扰。

### 2.1 吸附能力实验

将点燃的香烟直接置于仪器吸收室入口 9,抽气后,其干扰吸光度高达 0.15 ~ 0.2。在吸收室与热解炉之间接入 NaOH 和 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 化学吸附柱和金丝捕汞管,如图 1 装置,炉温置于 800 时,将点燃的卷烟置于热解炉载气入口 1,仪器吸光度仅 0.002 左右,干扰强度被消除了 99% 以上。

这说明:通过 NaOH 和 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的化学吸附,能够消除酸性及还原性气体的干扰。

### 2.2 燃烧产物实验

在与 2.1 相同仪器条件下,将 10 ~ 20mg 卷烟剪碎置于石英舟 3 中,预热后抽气,此时仪器吸光度出现了严重干扰,当分别增加吸附剂 NaOH 和 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1 ~ 2 倍做相同的实验,干扰强度未见明显衰减。这说明卷烟热解产生的干扰物质中不仅有酸性及还原性气体,还有不能被 NaOH 和 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 化学吸附的其他干扰物质。

### 2.3 炉温的影响

在与 2.1 相同仪器条件下,以不同炉温条件进行试验,将点燃的卷烟置于热解炉载气入口 1,结果如表 1 所示。

表 1 不同炉温试验

炉温	吸光度	炉温	吸光度
室温	0.0269	900	0.0016
250	0.0195	1000	0.0018
500	0.017	1100	0.0020
700	0.0033		

从表 1 可以看出,炉温在 500 以下时干扰严重,而炉温在 700 以上时干扰基本消除。由此说明:有氧条件下气溶胶在 700 以上时可再次燃烧,生成能被 NaOH 和 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 化学吸附的酸性及还原性气体。

### 2.4 双热解炉实验

为查明载气中气溶胶再次燃烧条件,设计了双热解炉实验(图 2)。

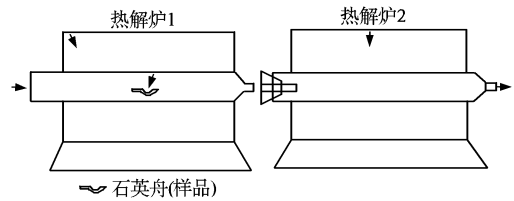


图 2 双热解炉实验装置示意图

将装有数毫克烟丝的石石英舟置于 800 热解炉 1 中,抽气后其热解出的烟尘及气溶胶进入 800 热解炉 2,经吸附柱、金丝、静电滤纸进入仪器。结果在热解炉 2 中未出现燃烧现象,炭颗粒沉淀在气路,气溶胶进入仪器,干扰严重。当在烟丝上覆盖黄土进行同样实验时,情况却截然不同:热解产生的混合气体陆续进入有氧载气的热解炉 2,使烟尘及气溶胶再次燃烧,经吸附柱、金丝、静电滤纸进入仪器,干扰基本消失。

实验 4 证明,热解炉 1 中因反应激烈产生大量混合气体,所产生的烟尘及气溶胶进入热解炉 2 时,尽管又达到 800,但因氧气不足而不能燃烧;当控制热解炉 1 的反应速度,使烟尘及气溶胶缓慢溢出,进入有氧载气的热解炉 2 时被再次燃烧,经吸附消除干扰。

### 2.5 标准曲线

使用国家标准 GB W07604 (GSV - 3) 杨树叶标样制备标准曲线,根据实验 2.4 的方法,样重:10, 20, 30, 40 mg,推荐值 26 ng/g,结果见图 3。

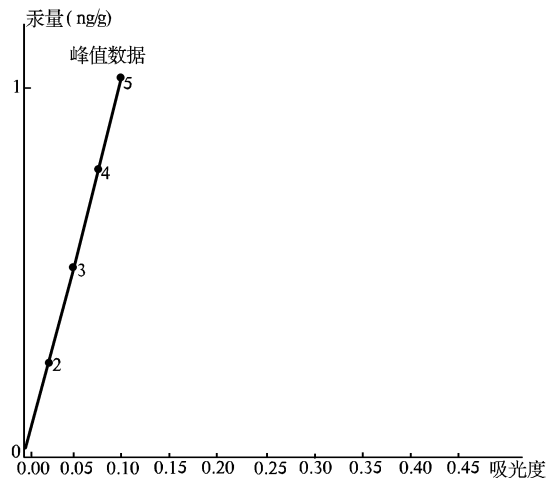


图 3 GB W07604 (SV - 3) 杨树叶标准曲线

该标准曲线相关系数 99.92%,基物是经过加热脱汞后的 100 目黄土。

### 2.6 方法准确度实验

使用国家一级生物标准物质对方法进行了检验,结果见表 2。

表 2 方法准确度实验

标样号	推荐值 (ng/g)	分析次 数(n)	平均值 (ng/g)	标准偏 差(s)	精密度 RSD%	准确度 Log C
GBW07601	360	8	394	20.79	0.053	0.039
GBW07604	26	7	29.7	1.48	0.050	0.058
GBW07605	13	8	10.4	0.51	0.049	0.097
GBW08501	46	8	44.6	2.70	0.061	0.013
GBW08505	4	8	3.85	0.47	0.122	0.017
GBW08508	38	8	40.2	4.82	0.120	0.024
GBW09101	2160	8	2305	92.77	0.040	0.028

由表 2 看出:通过对生物标准物质的验证,方法的精密度和准确度基本达到分析要求。

## Measuring Trace Hg in Organic Samples by Using Atomic Absorption Method

MENG Su - ling<sup>1</sup>, CHEN Ling - juan<sup>2</sup>, WEI Jing - sheng<sup>3</sup>

(1. Geological Laboratory Center of Shandong Metallurgical and Geological Exploration Bureau, Shandong Weifang 261021, China; 2. Central Laboratory of Zhengyuan Construction Corporation, Shandong Jinan 250014, China; 3. Predication and Analysis Center of China Earthquake Bureau, Beijing 100037, China)

**Abstract:** Through pyrolysis, Hg and pyrolytic vapor will be relieved from organic samples. Regarding NaOH and Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> as absorbent, eliminating disturb of acid and reduction gas, covering soil to lessen the burning period, eliminating disturb of smoke and gasoloid, and using Hg collection pipe to absorp Hg, thus, Hg content in organic samples can be measured. It is very quick, easy and suitable in geological measurement.

**Key words:** Atomic absorption; organic sample; Hg measurement

## 德州市实行统一测绘基准

日前,山东省德州市人民政府办公室下发《关于在全市实行统一测绘基准的通知》。通知要求,鉴于华东、华中区域大地水准地面精化——德州测区 C 级 GPS、三等水准控制网建设通过专家鉴定。今后凡在全市范围内实施的测绘项目,统一使用该控制网成果(可以在该成果基础上进行加密控制)。各部门、单位已建各种专业信息系统的空间基础地理数据要在规定时间内完成数据转换。因专业需要,今后确需建立相对独立的平面坐标系统的,需经德州市国土资源局初审,并报山东省测绘行政主管部门批准后方可建设使用。

(孙春田 臧莱生)

## 参考文献:

- [1] 侯明,张力,梁延鹏.微波消解-连续流动进样,氢化物原子吸收光谱法测定土壤、蔬菜中痕量汞[J].桂林工学院报,2005,22(2):33-34.
- [2] 张优珍.冷原子吸收法测定植物中的痕量汞分析[J].测试仪器通讯,1996,6(1):56-57.
- [3] 吴训,陈广林.微波消解-原子荧光法测定土壤中汞[J].广西预防医学,2005,12(1):26-28.
- [4] 熊伟.氢化物-原子荧光法测定土壤中痕量汞[J].光谱学与光谱分析,2001,8(3):14-15.
- [5] 卫敬生,扬竹溪.RG-1型单波长冷原子吸收热释测汞仪[J].岩矿测试,1999,18(3):204-206.