

# 水浴消解-冷原子荧光法测定植物总汞的 消解体系选择

王璐<sup>1,2</sup>, 杨胜香<sup>1\*</sup>, 李仲根<sup>1</sup>, 李欣宇<sup>3,4</sup>, 陈功锡<sup>2</sup>

1. 遵义师范学院 资源与环境学院,贵州 遵义 563006; 2. 吉首大学 生物资源与环境科学学院,湖南 吉首 416000;  
3. 中国科学院 地球化学研究所,环境地球化学国家重点实验室,贵阳 550081; 4. 中国科学院大学,北京 100049

**摘要:**为优选简便快捷和测试可靠的植物总汞湿法消解方法,本文以植物标准物质 GSB-11(柑橘叶)、NIST-1515(苹果叶)为研究对象,比较了5种水浴酸消解方法以及消解后加入和不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl对植物总汞测定的回收率差异。结果表明,采用逆王水(HCl:HNO<sub>3</sub>体积比1:3)95℃水浴3 h消解植物样品,消解后不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl测定植物总汞含量的方法最优,能实现大批量样品消解,一次消解约100个;操作简单快速,无需调配添加BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl以及静置消解液等;测定结果准确,总汞回收率为99.6%~101.5%,汞加标回收率为98.1%。逆王水水浴消解法是一种高效、简便、准确可靠的植物总汞测定方法,能满足低汞含量植物样品分析要求。

**关键词:**植物;总汞;逆王水;水浴;冷原子荧光法

中图分类号:X142 文章编号:1007-2802(2022)01-0151-05 doi:10.19658/j.issn.1007-2802.2021.40.093

## Selection A Water Bath-Based Digestion System Combined with Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry to Determine Total Mercury in Plants

WANG Lu<sup>1,2</sup>, YANG Sheng-xiang<sup>1\*</sup>, LI Zhong-gen<sup>1</sup>, LI Xin-yu<sup>3,4</sup>, CHEN Gong-xi<sup>2</sup>

1. College of Resources and Environment, Zunyi Normal University, Zunyi Guizhou 563006, China;  
2. College of Biology and Environmental Science, Jishou University, Jishou Hunan 416000, China;  
3. State Key Laboratory of Environmental Geochemistry, Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550081, China; 4. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

**Abstract:** Choosing a simple, fast and reliable wet digestion method is the key to determine the total mercury in plants. In this study, GSB-11 (citrus leaf) and NIST-1515 (apple leaf) were used as standard materials, and the recovery rates of their total mercury were compared with five water-bath acid digestion methods with and without the BrCl, NH<sub>2</sub>OH·HCl treatment. The results showed that the optimization procedure is as follows, the plant samples were digested with inverse aqua regia (HCl:HNO<sub>3</sub> volume ratio 1:3) in a 95 ℃ water bath for 3 h, and no BrCl and NH<sub>2</sub>OH·HCl were added after the digestion. The advantages of this method are as follows: 1. It can digest a large number of samples, e.g. 100 samples at a time. 2. The operation process is simple and quick, without adding BrCl, NH<sub>2</sub>OH·HCl, and standing digestion solution. 3. The measurement results are accurate, with the total mercury recovery rates being from 99.6% to 101.5%, and the mercury recovery rate for the mercury-spiked standard substance being 98.1%. In summary, the inverse aqua regia water bath digestion is an efficient, simple, accurate and reliable method for the determination of total plant mercury, which meets the analysis requirements of low mercury content plant samples.

**Key words:** plant;total mercury;inverse aqua regia;water bath;cold vapor atom fluorescence spectrometry

收稿编号:2021-117,2021-7-13 收到,2021-7-28 改回

基金项目:国家自然科学基金资助项目(41967020)

第一作者简介:王璐(1994-),女,硕士研究生,研究方向:矿山重金属污染治理与生态修复. E-mail: 15286040470@163.com.

\*通信作者简介:杨胜香(1972-),女,教授,研究方向:重金属污染治理与生态修复. E-mail: yangsx1998@163.com.

## 0 引言

植物在地球表层系统汞的生物地球化学循环中扮演着极为重要的角色。近年来的研究发现,绿色植物是地球大气重要的汞汇,每年通过叶片可吸收 1180 t 大气汞,很大程度上调节了大气汞的含量及大气/表层土壤汞的分布(Wang et al., 2016)。而同时,土壤和水体中的汞也可以通过植物(或浮游植物)为媒介的食物链传递而影响人群健康(李春辉,2019)。可见,植物是陆地生态系统中汞迁移转化的重要输入和输出途径(郑伟等,2006)。因此准确测定植物汞含量对于明确汞的环境污染水平以及掌握汞的地球化学过程保护人类与动物的健康等具有重要意义。

植物总汞的测定是陆地生态系统中汞监测的重要项目之一。一般按样品消解与否分为直接热解测定法和消解后测定法,前者直接加热样品至高温(如 800 ℃)使样品中的汞以汞蒸气形式挥发出来,直接或先用金管预富集后再加热释放出汞蒸气,用冷原子吸收法或冷原子荧光法测定(林永祥,2017;吕东威等,2020),此法方便快捷,检测限低,但仪器价格非常昂贵;后者一般的国产冷原子荧光仪器即可快速测试,价格相对便宜,因此该法对于绝大多数科研单位具有更大价格优势和推广性。消解是影响测定结果准确性的关键步骤,已有研究显示,不同消解方法对植物总汞测定结果存在较大影响,如沈敏强等(2009)比较了王水-HF、 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4\text{-V}_2\text{O}_5$  消解法下植物总汞测定结果差异,发现王水-HF 法消解样品更彻底,测定出的总汞含量更高。目前,常用的植物总汞消解方法包括电热板加热酸消解法 [ $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$  法(王乃姗,2016)、 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4\text{-HCl}$  法(过星辰,2016)、微波加热酸消解法( $\text{HNO}_3$  法(宋利军等,2017)、 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  法(段玉林等,2020)] 以及水浴加热酸消解法( $\text{HNO}_3$  法(郑伟等,2006)、 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$  法(钱晓莉,2018)和  $\text{HCl-HNO}_3$  法(李昌鑫,2020)),但电热板消解法普遍存在汞易损失,污染大,操作繁琐,消解终点不易判断等问题;微波消解法普遍存在一次性消解样品量小,操作繁琐等问题;而水浴消解法是一种成本较低,易于操作的消解方法,可实现大批量样品的同步消解,并能控制每个样品受热均匀,但前人研究进行水浴消解后通常加入  $\text{BrCl}$  氧化剂将样品中各种汞形态充分氧化为  $\text{Hg}^{2+}$ ,再加入  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  消除过量的  $\text{BrCl}$ ,试剂调配、加入操作较为繁琐(郑伟等,2006;钱晓莉,2018;李昌鑫,2020)。除了

消解加热方式,消解时加入酸的种类及用量也是直接影响消解效果的重要因素。因此,本文在前人试验的基础上,通过比较 5 种水浴酸消解方法以及消解后加入和不加入  $\text{BrCl}$ 、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  对植物总汞测定的回收率差异,即:(1)浓  $\text{HNO}_3$ ; (2)  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$  混合酸(体积比 4:1); (3)  $\text{HCl-HNO}_3$  混合酸(体积比 3:1); (4)  $\text{HCl-HNO}_3$  混合酸(体积比 1:1); (5)  $\text{HCl-HNO}_3$  混合酸(体积比 1:3),旨在找到一种高效、快速、便捷、准确测定植物总汞的方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

测试材料为中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所的柑橘叶标准样品(GBW10020, GSB-11)、美国国家标准与技术研究院的苹果叶标准样品(NISTSRM1515),总汞参考值分别为  $(0.15 \pm 0.02)$ 、 $(0.0432 \pm 0.0023)$  mg/kg。

### 1.2 主要试剂与仪器

主要试剂包括:①汞标准储备溶液(1000 ng/mL);② $\text{HNO}_3$  (AR);③ $\text{H}_2\text{SO}_4$  (GR);④分析纯  $\text{HCl}$ ;⑤纯氮气;⑥高纯氩气;⑦二次去离子水;⑧ $\text{BrCl}$  溶液:在通风橱中将 1.08 g KBr(纯度>99%, A. C. S. reagent)溶在 100 mL 浓  $\text{HCl}$  (AR) 中,磁力搅拌 1 h,并在搅拌状态下缓慢加入 1.52 g  $\text{KBrO}_3$ (纯度>99.8%, A. C. S. reagent),溶液由淡黄色转变为橙红色,再搅拌 1 h 后装瓶,存放于冰箱内;⑨ $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  溶液(250 g/L):称取 25 g  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  (AR) 用二次去离子水溶解后定容至 100 mL;⑩3% (m/V)  $\text{SnCl}_2$  还原剂溶液:称取 30 g  $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (AR) 溶于 40 mL 浓  $\text{HCl}$  (AR) 中,待完全溶解后用去离子水定容至 1 L,配制好的溶液用 350~400 mL/min 流速的无汞氮气吹脱过夜,除去溶液中残留的汞。

主要仪器包括:①海光冷原子荧光分光光度计(AFS-8520)或其他型号冷原子荧光仪;②NANO-pure lamond™ UV 超纯水系统(18.2 MΩ·cm)(Barnstead Thermolyne, Dubuque);③HWS-26 型电热恒温水浴锅。

### 1.3 样品消解与分析

1.3.1 样品消解 植物样品经干燥磨碎后,称取约 0.200 g 置于 50 mL 离心管中,加入 5 mL 消解试剂(表 1)于 95 ℃水浴中消解 3 h。为考察不同消解试剂及消解后添加  $\text{BrCl}$  氧化剂与否对消解效果的影响,本研究对同体积不同消解液的消解效果进行了

对比(表1),分别为浓HNO<sub>3</sub>(#1)、HNO<sub>3</sub>和H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>混合液(#2,体积比4:1)、不同体积比的HCl和HNO<sub>3</sub>混合液(#3~#5)。每种消解方法两种植物标准样品各测10个平行样,其中5份平行样在水浴消解后,加入0.5 mL BrCl氧化剂,转移到25 mL容量瓶中,并用去离子水定容至25 mL,将消解液过滤到50 mL离心管中,测定前加入0.4 mL NH<sub>2</sub>OH·HCl以去除多余的BrCl;另外5份,则不加BrCl和NH<sub>2</sub>OH·HCl,过滤后待测。同时,每一种消解体系做3个试剂空白。

表1 本研究中植物湿法消解所用的酸体系

Table 1 Acid systems for wet digestion of plants

消解试剂编号	消解试剂	消解试剂加入体积/mL
#1	HNO <sub>3</sub> (AR)	5
#2	HNO <sub>3</sub> (AR)+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (GR)(体积比4:1)	5
#3	HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比3:1)	5
#4	HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比1:1)	5
#5	HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比1:3)	5

1.3.2 样品分析 样品的分析流程如下:①载流。10% HNO<sub>3</sub>溶液;②还原剂。3% (m/V) SnCl<sub>2</sub>溶液;③原子荧光分光光度计仪器工作参数。读数方式为峰面积,读数时间为19 s,延迟时间为3 s,负高压为300 V,载气流量为400 mL/min,灯电流为30 mA,屏蔽气流量为1000 mL/min,原子化器高度为10 mm;④标准曲线。依据样品总汞含量设置0.0、0.1、0.3、0.6、1.0、1.5、3.0 ng/mL梯度汞标准溶液,测定后线性回归方程为:y=5473.7x-36.545,R<sup>2</sup>=0.9997(式中,y为样品汞浓度,单位为ng/mL,x为荧光强度);⑤结果异常值的判定。根据拉依达准则,当可疑值与n个结果的平均值之差的绝对值大于或等于3倍实验标准偏差时,将可疑值判定为异常值。

#### 1.4 结果计算

植物中总汞含量的计算公式为:

$$\text{总汞(mg/kg)} = \frac{\frac{(A_s - \bar{A}_B)}{F} \times \frac{V_{AFS}}{V} \times 25}{W \times 1000}$$

式中,A<sub>s</sub>为样品出峰面积;A<sub>B</sub>为试剂空白样品平均出峰面积;F为出峰面积/pg汞(由标准曲线求出);V<sub>AFS</sub>为AFS测试体积(mL);V为消解液取样量(mL);25为消解液体积(mL);W为样品质量(g)。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同消解体系下植物总汞测定结果

不同消解方法植物标准样品中总汞含量的测定结果如表2所示,其中柑橘叶GSB-11的回收率为41.6%~99.6%,苹果叶NIST-1515的回收率为36.9%~107.1%。其中#1、#2消解后未加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理回收率明显低于加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理,#1的GSB-11、NIST-1515回收率分别降低了1.09、1.38倍,#2的GSB-11、NIST-1515回收率分别降低了0.61、0.52倍。#3消解效果总体良好,未加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理回收率达87.0%以上,加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理后回收率达到95.2%以上。#4、#5消解植物后加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理的回收率低于不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理,其中#5消解后不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl处理回收率最高,GSB-11、NIST-1515回收率达99.6%、101.5%。

### 2.2 不同消解体系的试剂空白总汞含量

为了筛选出最优消解体系,本研究除了测定上述5种不同消解体系加入和不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl的试剂空白总汞含量,同时测定了HNO<sub>3</sub>(AR)+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(AR)(体积比4:1)加入和不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl的试剂空白总汞含量,HCl(工艺超纯,蒸馏)+HNO<sub>3</sub>(体积比3:1)不加BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl的试剂空白总汞含量(表3)。其中,HNO<sub>3</sub>(AR)试剂空白中总汞含量最低,仅0.01 mg/kg,对试验结果影响小,而加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl后,试剂空白汞含量明显增至0.05 mg/kg,说明BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl中亦含有少量汞,这可能与BrCl溶液是采用HCl(AR)作为溶剂有关。HNO<sub>3</sub>+H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(体积比4:1)体系中,无论加不加入BrCl、NH<sub>2</sub>OH·HCl,均体现出H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(AR)试剂空白高于H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(GR),可能是由于H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(AR)制作工艺流程所致。HCl-HNO<sub>3</sub>(体积比3:1、1:1、1:3)体系中,随着HCl(AR)比例减少,试剂空白汞含量也逐渐降低,说明HCl(AR)中含有较高汞含量,且汞含量高于HNO<sub>3</sub>(AR),而采用HCl(工艺超纯,蒸馏)消解后试剂空白汞含量明显降低。从占比来看,同体积试剂空白与汞含量较低的NIST-1515标样总汞测定值(未扣除试剂空白)的比值明显高于汞含量高的GSB-11,占比最高可达86.8%,可见试剂空白对低汞含量样品测试的影响很大,因此测定样品时必须同时测定试剂空白,计算结果时必须扣除试剂空白值。本研

表 2 植物标准样品中总汞含量的测定结果

Table 2 Determination results of total mercury content in plant standard samples

标样	消解试剂	BrCl、 NH <sub>2</sub> OH · HCl	测定值/(mg/kg)					均值±标准偏差/(mg/kg)	回收率±标准偏差/%
			平行1	平行2	平行3	平行4	平行5		
GSB-11	#1	+	0.16	0.17	0.11	0.10	0.11	0.13±0.031	87.2±20.8
	#1	-	0.09	0.07	0.06	0.04	0.06	0.06±0.015	41.6±10.2
	#2	+	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12±0.003	79.2±2.1
	#2	-	0.08	0.06	0.09	0.06	0.08	0.07±0.011	49.3±7.2
	#3	+	0.13	0.15	0.15	0.14	0.15	0.14±0.005	95.8±3.2
	#3	-	0.14	-	0.12	0.13	0.12	0.13±0.008	87.0±5.3
	#4	+	0.09	0.11	0.12	0.12	0.09	0.11±0.013	70.5±8.7
	#4	-	0.14	0.13	0.14	0.17	0.12	0.14±0.016	94.5±10.5
	#5	+	0.12	0.12	0.12	0.13	0.13	0.12±0.006	83.0±4.0
	#5	-	0.14	0.13	0.18	0.15	-	0.15±0.018	99.6±12.3
NIST-1515	#1	+	0.0256	0.0279	-	0.0512	0.0470	0.0379±0.011	87.7±26.2
	#1	-	0.0305	0.0094	0.0200	0.0127	0.0071	0.0160±0.008	36.9±19.6
	#2	+	-	0.0388	0.0397	0.0298	0.0349	0.0358±0.004	82.9±9.1
	#2	-	-	0.0375	0.0158	0.0208	0.0201	0.0235±0.008	54.5±19.1
	#3	+	0.0449	0.0358	0.0392	0.0446	-	0.0411±0.004	95.2±8.8
	#3	-	0.0433	-	0.0474	0.0449	0.0494	0.0463±0.002	107.1±5.4
	#4	+	0.0196	0.0223	0.0202	0.0182	0.0198	0.0200±0.001	46.3±3.0
	#4	-	0.0325	0.0318	0.0261	0.0334	0.0319	0.0312±0.003	72.1±6.0
	#5	+	0.0236	0.0243	0.0552	0.0354	0.0210	0.0319±0.013	73.8±29.2
	#5	-	-	0.0504	0.0396	0.0359	0.0495	0.0439±0.006	101.5±14.5

注:“+”表示在消解液中加入 BrCl、NH<sub>2</sub>OH · HCl,“-”表示消解液不加入 BrCl、NH<sub>2</sub>OH · HCl,下同;“—”表示异常值。

表 3 不同消解体系的试剂空白总汞含量

Table 3 Total mercury content of reagent blanks in different digestion systems

消解体系	BrCl、NH <sub>2</sub> OH · HCl	总汞/(mg/kg)	占比1/%	占比2/%
HNO <sub>3</sub> (AR)	+	0.05	27.2	56.4
HNO <sub>3</sub> (AR)	-	0.01	16.9	44.3
HNO <sub>3</sub> (AR)+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (GR)(体积比4:1)	+	0.03	17.8	41.7
HNO <sub>3</sub> (AR)+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (GR)(体积比4:1)	-	0.02	18.4	41.4
HNO <sub>3</sub> (AR)+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (AR)(体积比4:1)	+	0.13	-	-
HNO <sub>3</sub> (AR)+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (AR)(体积比4:1)	-	0.06	-	-
HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比3:1)	+	0.15	51.1	78.5
HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比3:1)	-	0.13	49.4	73.4
HCl(工艺超纯,蒸馏)+HNO <sub>3</sub> (体积比3:1)	-	0.04	-	-
HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比1:1)	+	0.13	55.4	86.8
HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比1:1)	-	0.13	48.3	81.0
HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比1:3)	+	0.09	42.2	74.0
HCl(AR)+HNO <sub>3</sub> (AR)(体积比1:3)	-	0.07	32.2	61.8

注:占比1为单位试剂空白与单位 GSB-11 标样总汞测定值(未扣除试剂空白)的比值,占比2为单位试剂空白与单位 NIST-1515 标样总汞测定值(未扣除试剂空白)的比值,“—”表示未测定相应消解体系的标样总汞含量。

究结果显示,采用 HNO<sub>3</sub> 消解样品时,分析纯 HNO<sub>3</sub> 可以满足测定需要;而采用 HCl 消解样品时,建议用亚沸蒸馏以降低汞的背景;采用 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 消解样品时,建议用低汞空白的品牌,如优级纯 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>。

### 2.3 逆王水水浴消解法的汞加标回收试验

向采用逆王水水浴消解后的 GSB-11、NIST-1515 标样中加入不同浓度梯度的 HgCl<sub>2</sub> 标液,每个浓度设置 5 个平行,按照样品分析步骤测定加标后样品总汞含量,得到 GSB-11、NIST-1515 回收率为

95.5%~108.7%、91.8%~100.3%(表 4),平均加标回收率为 98.1%,表明逆王水水浴消解法准确度高。

### 3 讨论

植物样品消解时需要综合考虑时长、试剂用量、操作繁简、消解效果以及汞挥发损失情况。本研究中,5 种不同水浴加热酸消解法消解植物样品后加入 BrCl、NH<sub>2</sub>OH · HCl 处理总体上回收率较

表 4 标准物质的汞加标回收率

Table 4 Recovery rate of spiked mercury in standard materials

标样	标准值 /(mg/kg)	加标值 /(mg/kg)	测定值 /(mg/kg)	回收率/%
GSB-11	0.15	0.1	0.25	95.5
	0.15	0.2	0.34	96.8
	0.15	0.3	0.48	108.7
NIST-1515	0.0432	0.1	0.1350	91.8
	0.0432	0.2	0.2340	95.4
	0.0432	0.3	0.3440	100.3

好,但耗时长、试剂用量多且操作繁琐。 $\text{HNO}_3$  法、 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$  法消解后未加入  $\text{BrCl}$ 、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  处理回收率均较低,低于 55%,消解效果不佳,因此如果采用  $\text{HNO}_3$  法、 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$  法消解植物样品,消解后必须加入  $\text{BrCl}$  充分氧化溶液中各种汞形态,再加入  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  去除剩余的  $\text{BrCl}$ ,才能获得较高的汞回收率。相对而言,采用王水、逆王水消解效果更优,无需加入  $\text{BrCl}$ 、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ,因为新配置的王水、逆王水均具有很强的氧化消解能力,但王水消解的试剂空白汞含量很高,而试剂空白对低汞含量样品测试的影响很大,因此本研究推荐采用逆王水水浴消解-冷原子荧光光谱法测定植物总汞含量。与前人采用电热板、微波消解方法相比(王乃姗,2016;段玉林等,2020),电热板消解常采用三角瓶作为容器,空间位置占比较大,一般可同时消解几十个样品;微波消解一次性通常仅可消解 18 个样品;而本研究采用离心管水浴消解的方法,可同时消解约 100 个样品,能达到大批量消解样品的目的。该法与郑伟等(2006)  $\text{HNO}_3$  水浴消解-冷原子荧光光谱法测定植物总汞方法相比,操作简单,可省略消解前调配  $\text{BrCl}$  和  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  溶液、消解后加入少量超纯水和  $\text{BrCl}$  溶液、消解液放置 24 h 后添加少量  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  去除游离态卤素等步骤;同时该法测定迅速,消解样品后定容过滤可直接测定,无需调配添加  $\text{BrCl}$ 、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  溶液以及静置消解液,节约时长约 26 h。此外,从实际样品总汞测定回收率与加标试验回收率来看,无论汞含量较高的 GSB-11 (0.15 mg/kg),还是汞含量较低的 NIST-1515 (0.0432 mg/kg),本研究推荐方法测定植物总

汞的回收率均达 90%以上,与郑伟等(2006)研究结果一致,测定结果较为准确,可满足较低汞含量植物样品分析要求。

## 4 结论

逆王水水浴消解-冷原子荧光光谱法能实现大批量消解样品,一次消解约 100 个;操作简便快捷,减少了调配添加  $\text{BrCl}$ 、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  以及静置消解液等步骤;测定结果准确,总汞回收率为 99.6%~101.5%,汞加标回收率为 98.1%,是一种高效、简便、准确可靠的植物总汞测定方法。

## 参考文献 (References) :

- Wang X, Bao Z D, Lin C J, Yuan W, Feng X B. 2016. Assessment of global mercury deposition through litterfall. Environmental Science & Technology, 50(16): 8548~8557
- 段玉林, 张少梅, 洗津, 龙珍, 陈诚, 温韬, 刘珈伶. 2020. 原子荧光法测定稻谷中总汞含量的不确定度评定. 食品安全质量检测学报, 11(11): 3532~3537
- 过昱辰. 2016. 三种草坪草对土壤汞污染耐受性及富集效果的研究. 硕士学位论文. 苏州: 苏州大学
- 李春辉. 2019. 乌达汞环境地球化学和汞同位素组成特征. 博士学位论文. 北京: 中国矿业大学(北京)
- 李昌鑫. 2020. 燃煤电厂周边环境中汞的溯源研究及其对微生物多样性的影响. 硕士学位论文. 杭州: 浙江大学
- 林永祥. 2017. MA3000 型测汞仪固体直接进样测定树叶和树皮中的汞含量的方法研究. 福建分析测试, 26(2): 36~41
- 吕东威, 王永敏, 樊宇飞, 刘伟豪, 管巍, 王定勇. 2020. 典型城市人工湿地优势植物汞分布特征. 环境化学, 39(4): 1039~1046
- 钱晓莉. 2018. 典型汞矿区耐性植物及汞富集机制研究. 博士学位论文. 贵阳: 贵州大学
- 沈敏强, 赵丽丽, 吴江, 张艳艳. 2009. 不同消解方法下植物中汞的测定及比较. 见: 第三届全国农业环境科学学术研讨会论文集. 天津: 中国农业生态环境保护协会, 952~957
- 宋利军, 陈玉红, 吴绍武, 李腾根, 廖秀海, 周银古. 2017. 微波消解电感耦合等离子体质谱法测定蔬菜中的 6 种有害元素. 中国卫生检验杂志, 27(12): 1686~1687, 1692
- 王乃姗. 2016. 汞在衡水湖湿地环境介质和芦苇中的分布与季节性变化特征研究. 硕士学位论文. 北京: 中国林业科学研究院
- 郑伟, 冯新斌, 李广辉, 李仲根. 2006. 硝酸水浴消解-冷原子荧光光谱法测定植物中的总汞. 矿物岩石地球化学通报, 25(3): 285~287

(本文责任编辑:刘莹;英文审校:肖保华)