doi：10.11838/sfsc.1673-6257.22035

应用氢化物发生－原子吸收分光光度法和直接测汞仪测定肥料中汞含量的方法比对研究

段路路[1, 2]，马欣萍[1, 2]，殷　炯[1, 2]

（1. 上海化工院检测有限公司，上海　200062；2. 上海化工研究院有限公司，上海　200062）

摘　要：肥料中的汞元素是重要的重金属污染物之一，研究肥料中汞元素的快速测定方法对于肥料的安全生产意义重大。研究通过正交设计试验，方法检出限、精密度和准确性试验，优化了仪器条件，确定了直接测汞仪测定肥料样品中汞含量的最佳仪器条件，并与GB/T 23349-2020《肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定》中规定的氢化物发生－原子吸收分光光度法进行比对。研究结果表明，正交试验确定的直接测汞仪法的最佳分析条件组合为“干燥温度250℃，催化分解温度700℃，开始测定温度300℃”。该方法具有良好的二次曲线关系，方法检出限为0.0023 ng，加标回收率在93.8% ~ 103.9%之间，相对标准偏差在3.2% ~ 6.3%之间。通过与国家标准对比表明，直接测汞仪法与氢化物发生－原子吸收分光光度法无显著性差异，该法具备简便、快速、准确、灵敏度高等特点，适合不同肥料品种中汞元素的测定。

关键词：直接测汞仪法；国家标准；肥料；汞；正交试验

中国是世界上最大的化肥消费国，化肥是国家主要的农用生产资料，在国家粮食生产中有着十分关键的战略地位。通过施肥，不仅能够为作物生长发育供给所必需的养分，增加粮食作物产量并提高产品品质，同时还可以改变土壤性质，从而改善土壤的肥力水平[1]。在化肥工业生产中，因为原材料的来源、生产工艺等原因，会把部分有毒、有害的物质引入化肥中，特别是重金属污染物[2-4]。化肥中重金属污染物的种类和浓度与农业安全生产和人类身体健康密切相关。肥料中的重金属进入土壤后，会被作物吸收，通过食物链的传递和富集，最终危害生态环境和人体健康[5-7]，其中最重要的一种重金属污染物就是汞元素。

由于汞具有多种形态、易挥发、能长距离运输和毒性极强等特点，被人们公认为“全球性污染物”，从而备受关注。在中国，耕作土壤中汞的自然背景值在0.03 ~ 0.07 mg/kg之间[8]，而贵州汞矿附近土壤中汞的含量甚至高达9.6 ~ 115.0 mg/kg[9]。汞元素除了在自然环境中存在，还能在动植物体内富集，经过食物链进入人体中，对人类身体健康形成危害。过量的汞通过食物链进入人体后主要在肝、肾和脑中蓄积，毒害神经，能引起严重的神经系统病变，导致出现神经紊乱、手足麻木、头痛、多汗和易怒等症状[10]。此外，有机汞的毒性比无机汞高，“八大公害事件”之一的日本水俣病事件就是无机汞转化为有机汞，经食物链进入人体而引起的。

由于汞是最危险的重金属污染物之一，肥料中汞含量的检测方法尤为重要。目前常用的测汞方法有分光光度法、氢化物发生－原子吸收分光光度法、原子荧光光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法等[11-14]。这些方法中，分光光度法检出限高、灵敏度低，且需要配制大量试剂，费时费力；氢化物发生－原子吸收分光光度法和原子荧光光谱法虽干扰小，但操作繁琐，对试剂纯度要求较高[15-16]；电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法灵敏度高，但干扰较多，前处理繁琐[17-18]。上述检测方法多采用王水消解的方式提取肥料中的汞，过程繁琐复杂，所用试剂多，检测时间长，且对试验人员要求较高，有一定的安全隐患。

鉴于以上检测方法的局限性，本研究采用直接测汞仪测定肥料中的汞含量，建立直接测汞仪测定

收稿日期：2022-01-20；**录用日期：**2022-03-18

基金项目：上海市2020年度“科技创新行动计划”（20DZ2203200）。

作者简介：段路路（1981-），正高级工程师，博士，主要从事肥料质量检测及标准化研究。E-mail：dll@ghs.cn。

肥料中汞含量的检测方法。该方法采用催化热解－金齐化－冷原子的吸收原理测汞，在氧气流的作用下，肥料样品经干燥和高温分解，产生的气体经催化分解、吸附除杂后，样品中的汞会转化为汞蒸气，在金齐化管中进行金齐化反应，随后进行高温解析，最后在 254 nm 处以冷原子吸收光谱法的方式测定汞含量。该方法的肥料样品无需前处理，可直接进样测定，同时样品不受基质种类的影响，检测速度快，具有良好的检出限和精密度，而且采用此方法测定肥料中汞含量未见相关文献报道。同时，本研究还将直接测汞仪法与 GB/T 23349–2020《肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定》中规定的氢化物发生－原子吸收分光光度法相比较，以期获得 2 种检测方法的无显著性差异结果，从而来验证直接测汞仪法的可行性，为今后《肥料中汞含量的测定－直接测汞仪法》国家标准的制定提供技术支持和依据。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

本试验共选用 6 个不同种类的肥料产品，编号分别为 CF1、CF2、CF3、CF4、OICF1、AACF1，样品基本信息见表 1。

表 1　供试肥料的基本信息

编号	肥料名称	肥料性状	配合式	生产单位
CF1	复合肥料	灰色颗粒	12–8–10	云南某科技股份有限公司
CF2	复合肥料	白色颗粒	20–8–10	湖北某化工有限责任公司
CF3	复合肥料	灰色颗粒	13–5–7	昆明某有限责任公司
CF4	复合肥料	类白色颗粒	15–15–15	湖北某化工股份有限公司
OICF1	有机无机复混肥料	黑色颗粒	15–5–10	湖北某化工股份有限公司
AACF1	海藻酸复合肥料	灰色颗粒	20–10–16	江西某肥业股份有限公司

本试验所用汞单元素溶液标准物质，编号为 GBW（E）080124，批号为 19052，标准值为 100 μg/mL，相对扩展不确定度（k=2）为 0.8%，基体为 3% HNO_3（v/v），研制单位为中国计量科学研究院。

本试验所用肥料中总汞含量检测内部质控样品，编号为 CFAPA–QC781B–1，指定值为 0.0483 mg/kg，标准差为 0.0123 mg/kg，生产单位为大连中食国实检测技术有限公司。

本试验所用试剂为硝酸（优级纯）、盐酸（优级纯）、硫酸（分析纯）、重铬酸钾（分析纯）、硼氢化钾（分析纯）、氢氧化钾（分析纯），上述试剂均于国药集团购买；超纯水，由 Mili–Pore 超纯水仪制备。

1.2　仪器与设备

实验室常用的玻璃仪器；连续光源原子吸收光谱仪：型号为 ContrAA700，德国耶拿公司，带氢化物发生器；测汞仪：型号为 DMA–80，意大利 Milestone 公司；AL204–1C 电子天平：瑞士梅特勒－托利多公司；马弗炉：型号为 SX2–5–12，上海实验仪器厂有限公司；200 μL 移液器、1000 μL 移液器、10 mL 移液器：艾本德中国有限公司。

1.3　试验方法

1.3.1　汞标准工作溶液的配制

用移液管准确移取 25.0 mL 汞元素溶液标准物质于 500 mL 棕色容量瓶中，用 5 g/L 的重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀，此时汞元素标准溶液浓度为 5μg/mL。吸取 10.0 mL 的汞标准溶液（浓度为 5 μg/mL）于 100 mL 的棕色容量瓶中，再用 5 g/L 的重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀，此汞元素标准溶液浓度为 0.5 μg/mL。然后分别吸取 0、0.5、1.0、2.0、4.0、5.0 mL 浓度为 0.5 μg/mL 的汞标准溶液并置于 5 个 100 mL 的棕色容量瓶中，再分别加入 10 mL 重铬酸钾溶液和 10 mL 硝酸溶液（1+1），用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，制得汞元素系列标准工作溶液，浓度分别为 0、2.5、5、10、20、25 ng/mL，此标准工作溶液供原子吸收分光光度法测定使用。另吸取 10 mL 浓度为 0.5 μg/mL 的汞标准溶液于 50 mL 棕色容量瓶中，用 5 g/L 的重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀，此汞元素标准溶液浓度为 0.1 μg/mL。分别吸取浓度为 0.1 μg/mL 的汞标准溶液 20、40、60、80、100 μL，即相当于汞含量分别为 2、4、6、8、10 ng，此标准工作溶液供直接测汞仪法用。

上述汞标准工作溶液用于原子吸收分光光度法和直接测汞仪法测定肥料中汞含量的定量测试。

1.3.2　样品前处理

原子吸收分光光度法：称取试样 5 g（精准至 0.1 mg）于 400 mL 高型烧杯中，将烧杯置于通风橱中，加入 30 mL 盐酸和 10 mL 硝酸，盖上表面皿在电热板上缓慢加热，等激烈反应结束后，移开表

面皿继续加热，使酸全部蒸发至近干涸，以便赶尽硝酸。冷却至室温后加入 50 mL 盐酸溶液（1+5），加热溶解，冷却至室温后转移到 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液，待用。

直接测汞仪法：将样品舟洗涤后于马弗炉中 700℃煅烧 2 h，冷却，直接称取约 0.1 g 样品于样品舟中，待测。

1.3.3　上机测定

原子吸收分光光度法：根据汞元素的性质，参照原子吸收光谱仪的操作说明书，将汞元素系列的标准工作溶液（1.3.1）、空白溶液（1.3.2）和试样溶液（1.3.2）依次进行测定。仪器测定条件是：氢化物发生器参数模式为 Hg 不带富集（连续）、测量池温度为室温、泵速级别为 3 级，FBR 模式为开。载气（氩气）流量 6 L/h，还原剂载入时间 14 s，反应时间 20 s，清洗时间 15 s。汞元素测定波长为 253 nm，读数时间为 45 s。

直接测汞仪法：参照直接测汞仪的操作说明书，将汞元素系列标准工作溶液（1.3.1）、空白、待测样品（1.3.2）依次进行测定。仪器测定条件是：氧气压力为 0.4 MPa，氧气流量为 200 mL/min，干燥温度为 200、250 ℃，催化分解温度为 650、700℃，开始测定温度为 250、300、350℃，冲洗时间为 60 s，解析时间为 12 s，读数时间为 30 s。

1.4　结果计算

方法检出限按照样品分析的步骤，重复进行 n（≥7）次空白试验，将测定结果换算为样品中的浓度或含量，计算 n 次平行测定的标准偏差，按公式 1 计算方法检出限。

$$MDL=t_{(n-1,\ 0.99)}\times S \qquad (1)$$

式中：*MDL* 为方法检出限；*n* 为样品平行测定的次数；*t* 为自由度为 *n*−1、置信度为 99% 时的 *t* 分布（单侧）值；*S* 为 *n* 次平行测定的标准偏差。

2　结果与分析

2.1　直接测汞仪法测定肥料质控样中汞含量的正交试验设计

根据直接测汞仪的原理及影响测试结果的因素，本研究筛选干燥温度（因素 A）、催化分解温度温度（因素 B）和开始测定温度（因素 C）3 个参数进行正交设计，其中干燥温度和催化分解温度选取 2 个水平，开始测定温度选取 3 个水平。根据正交试验原理，设计混合正交试验方案 L7（2^2，3^1），正交试验表见表 2。

表 2　正交试验方案及测定结果

试验序号	试验因素			汞含量平均值（mg/kg）
	因素 A（干燥温度，℃）	因素 B（催化分解温度，℃）	因素 C（开始测度温度，℃）	
1	1（200）	1（650）	1（250）	0.0430
2	1（200）	1（650）	2（300）	0.0434
3	1（200）	2（700）	3（350）	0.0447
4	1（200）	1（650）	3（350）	0.0431
5	1（200）	2（700）	1（250）	0.0453
6	2（250）	2（700）	2（300）	0.0491
7	2（250）	2（700）	3（350）	0.0504

根据正交试验方案对内部质控样品（指定值为 0.0483 mg/kg）进行 7 种测试条件的汞含量检测，每种测试条件重复 8 次，所得的平均值见表 2，并对正交试验结果采用极差分析法进行分析，所得结果列于表 3 中。极差分析可用于研究正交试验中因素间的优势以及因素不同水平的优劣。在正交试验结果分析中某因素的 R 值越大，说明该因素对试验结果的影响越大。因此，可以根据 R 的大小判断因素重要性的主次。

表 3　极差分析表

项目	水平	因素 A	因素 B	因素 C
K 值	1	0.2195	0.1295	0.0883
	2	0.0995	0.1895	0.0925
	3	—	—	0.1382
K avg 值	1	0.0439	0.0432	0.0442
	2	0.0498	0.0474	0.0463
	3	—	—	0.0461
最佳水平		2	2	2
R		0.0059	0.0042	0.0021
水平数量		2	2	3
每水平重复数 r		8	8	8

在表 3 中，K 值为某因素某水平时试验数据求和；K avg 值为对应的 K 值平均值；最佳水平为某因素最佳 K avg 值对应的水平编号；R 值是因素

的极差值，即某因素 K avg 最大值减去 K avg 最小值。从极差分析表 3 可知：从干燥温度、催化分解温度和开始测定温度来看，结合 R 值的大小对比可知，因素 A 干燥温度是最优因素，其次是因素 B 催化分解温度，最后是因素 C 开始测定温度。因而 3 个因素的优劣排序为：因素 A> 因素 B> 因素 C。具体结合各因素的最佳水平可知，因素 A 干燥温度取 250℃时最优，因素 B 催化分解温度取 700℃时最优，因素 C 开始测定温度取 300℃时最优。综合上述分析可知：最优因素为干燥温度，最优组合为“干燥温度 250℃，催化分解温度 700℃，开始测定温度 300℃”。

为避免极差分析的不足，考察干燥温度、催化分解温度和开始测定温度 3 个因素对汞含量的影响是否显著，本研究对正交试验结果进行方差分析，具体数据见表 4。本试验中将偏差平方和最小的一项作为误差项。从表 4 可以看出，因素 A 干燥温度的 F 值 $>F_{0.05}$（2，4），说明该因素对汞含量有显著性影响。而因素 B 催化分解温度和因素 C 开始测定温度的 F 值均小于 $F_{0.05}$（2，4），则视为这 2 个因素对汞含量无显著性影响。综合极差分析与方差分析的结果，最后确定直接测汞仪法的最佳分析条件组合为 $A_2B_2C_2$，即“干燥温度 250℃，催化分解温度 700℃，开始测定温度 300℃”。

表 4　方差分析表

方差来源	离均平方和	自由度	方差	F 值	P
因素 A	0.00004130	1	0.00004130	10.24	<0.05*
因素 B	0.00001790	1	0.00001790	4.44	>0.05
因素 C	0.00000807	2	0.00000404	1.00	>0.05
误差 e	0.00000807	2	0.00000404		

注：$F_{0.05}$（2，4）=6.94，* 表示差异显著（P<0.05）。

2.2　直接测汞仪法测定肥料质控样中汞含量的检出限及精密度

分别吸取浓度为 0.1 μg/mL 的汞标准溶液 20、40、60、80、100 μL，即相当于汞含量分别为 2、4、6、8、10 ng，按照正交试验方案中最优组合的试验序号 6，设定测汞仪的干燥温度、催化分解温度和开始测定温度分别为 250、700 和 300 ℃，对上述汞系列标准工作溶液进行测定，以汞含量为横坐标（x），仪器的吸光度为纵坐标（y），绘制标准曲线，获得二次曲线二次方程 $y=-0.0008x^2+0.0546x+0.0026$，决定系数 R^2=1.0000。该法表明汞元素在 0 ~ 10 ng 浓度范围内具有良好的二次曲线关系，直接测汞仪法的工作曲线如图 1 所示。

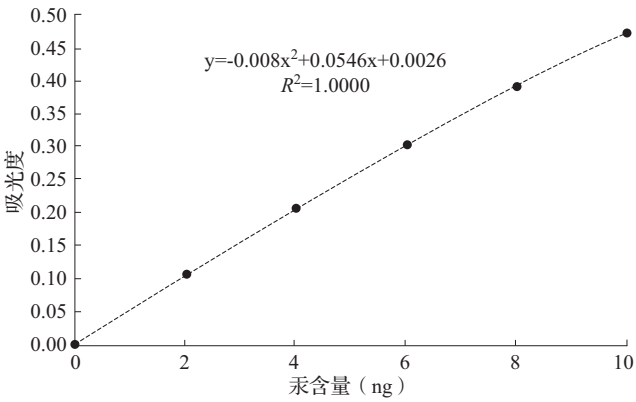

图 1　直接测汞仪法标准工作曲线

对空白和内部质控样品分别进样测定 8 次，所测得数据见表 5。根据公式（1）可计算得到直接测汞仪法的方法检出限为 0.0023 ng，检出限较低，适用于汞元素的痕量检测分析。由质控样测定值可求得 8 次试验检测的相对标准偏差为 4.5%，这表明直接测汞仪法测定肥料中的汞含量具有较好的精密度。

表 5　直接测汞仪法检出限和精密度试验

项目	1	2	3	4	5	6	7	8
空白测定值（ng）	0.0032	0.0021	0.0016	0.0027	0.0032	0.0032	0.0014	0.0020
质控样测定值（mg/kg）	0.0496	0.0471	0.0488	0.0495	0.0469	0.0468	0.0529	0.0514

2.3　直接测汞仪法测定实际肥料样品中汞含量的回收率试验

为了考察直接测汞仪方法的可靠性和准确性，在汞的线性范围内，向不同汞含量的肥料样品中添加一定量的汞标准溶液，按照优化参数条件进行加标回收率试验测定，样品的回收试验具体测试数据见表 6。结果表明，加标回收率均在 93.8% ~ 103.9% 之间，相对标准偏差在 3.2% ~ 6.3% 之间。测定结果良好，可以满足检测需求。这表明所建立的该方法稳定、准确、可靠。

表 6　直接测汞仪法的回收率试验

样品编号	汞含量（mg/kg）						RSD（%）	平均回收率（%）
	本底值	加标量	测试值			平均值		
CF1	0.83	0.50	1.33	1.29	1.24	1.29	3.5	97.0
CF2	0.15	0.50	0.65	0.58	0.61	0.61	5.7	93.8
CF3	0.52	0.50	1.02	1.09	1.08	1.06	3.6	103.9
CF4	0.12	0.50	0.62	0.53	0.63	0.60	6.3	96.8
OICF1	0.59	0.50	1.09	1.05	1.12	1.09	3.2	100.0
AACF1	0.32	0.50	0.82	0.83	0.78	0.81	3.3	98.8

2.4　直接测汞仪法和原子吸收分光光度法测定实际肥料样品中汞含量的显著性检验

为验证直接测汞仪法与 GB/T 23349–2020《肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定》中规定的氢化物发生 – 原子吸收分光光度法是否存在显著性差异和系统误差，采用 *F* 检验和 *t* 检验对上述 2 种检测方法进行检验，具体数据见表 7。

表 7　两种方法对汞含量测定的显著性检验

样品编号	直接测汞仪法		原子吸收分光光度法		*F* 检验	*t* 检验
	平均值（%）	方差	平均值（%）	方差		
CF1	0.83	0.00027	0.81	0.00029	1.08	1.715
CF2	0.15	0.00062	0.12	0.00042	1.47	1.608
CF3	0.52	0.00027	0.54	0.00062	2.33	0.968
CF4	0.12	0.00029	0.11	0.00016	1.86	0.822
OICF1	0.59	0.00350	0.62	0.00096	3.63	0.695
AACF1	0.32	0.00020	0.31	0.00042	2.11	0.926

由表 7 可知，查 *F* 分布表，6 个不同种类的肥料样品采用 2 种不同的测定方法对汞含量进行检测，*F* 检验值 $<F_{0.05}$（2，2）=19.0，说明采用直接测汞仪法和原子吸收分光光度法测定实际肥料样品中汞含量的差别不显著，即 2 种方法测定精密度是一致的。同时，查 *t* 界值表可知，*t* 检验值 $<t_{0.05}$（2，2）=4.303，说明 2 种方法无显著性差异，即 2 种测定方法不存在系统误差。

3　结论

本文通过筛选干燥温度（因素 A）、催化分解温度（因素 B）和开始测定温度（因素 C）3 个参数进行正交设计试验，应用直接测汞仪法对肥料质控样品进行汞含量分析。通过极差分析与方差分析的结果，最后确定直接测汞仪法的最佳分析条件组合为“干燥温度 250 ℃，催化分解温度 700 ℃，开始测定温度 300 ℃”。对上述测试条件进行方法验证可知，当汞含量在 0 ~ 10 ng 范围内该法具有良好的二次曲线关系，方法检出限为 0.0023 ng，加标回收率均在 93.8% ~ 103.9% 之间，相对标准偏差在 3.2% ~ 6.3% 之间，这表明直接测汞仪法测定肥料中的汞含量具有较好的精密度和准确度。

此外，本研究对比了直接测汞仪法和 GB/T 23349–2020《肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定》中规定的氢化物发生 – 原子吸收分光光度法测定不同肥料品种中汞元素的含量，通过 *F* 检验和 *t* 检验对上述 2 种检测方法进行检验可知，2 种方法无显著性差异，测定精密度一致，2 种测定方法不存在系统误差。氢化物发生 – 原子吸收分光光度法检测样品前处理相较于直接测汞仪法，需进行王水消解，且时间长，实验室操作安全风险大；直接测汞仪法无需前处理直接进样，操作方便快速。

综上所述，本研究建立了直接测汞仪法快速测定不同肥料品种中汞元素的分析方法。该方法具有灵敏度高、准确度好、分析效率高的特点，能满足实验室对肥料样品中汞元素的快速分析检测，可为《肥料中汞含量的测定 – 直接测汞仪法》国家标准的制定提供理论参考依据。

参考文献：

[1] 闫湘，王旭，李秀英，等. 我国水溶肥料中重金属含量、来源及安全现状[J]. 植物营养与肥料学报，2016，22（1）：8–18.

[2] 李书田，刘荣乐. 国内外关于有机肥料中重金属安全限量标准的现状与分析[J]. 农业环境科学学报，2006，25（增刊）：777–782.

[3] 陈林华，倪吾钟，李雪莲，等. 常用肥料重金属含量的调查分析[J]. 浙江理工大学学报，2009，26（2）：223–227.

[4] 田野，刘善江，马良，等. 有机肥料中重金属测定综述[J]. 中国农学通报，2011，27（7）：16–21.

[5] Uprety D，Hejcman M，Szakova J，et al. Concentration of trace elements in arable soil after long–term application of organic and inorganic fertilizers[J]. Nutr Cycl Agroecosyst，2009，85（3）：241–252.

[6] 吴勣，孙明星，高运川，等. 离子色谱法测定化肥中六种阴离子[J]. 理化检验 – 化学分册，2011，47（1）：23–26.

[7] Jiao W T，Chen W P，Chang A C，et al. Environmental risks of elements associated with longterm phosphate fertilizers applications：a review[J]. Environ Pollut，2012，168：44–53.

[8] 崔瑞平，赵彬彬，满洪界. 某汞矿冶炼厂附近环境汞污染调

查［J］. 环境科学，1987，8（3）：65–67.
［9］ Guzzi G，Pigatto P D. More on methyl mercury［J］. Toxicology and Applied Pharmacology，2005，206（1）：94.
［10］ Chan H M，Scheuhammer A M，Ferran A，et al. Impacts of mercury on freshwater fish–eating wildlife and humans［J］. Human and Ecological Risk Assessment，2003，9（4）：867–883.
［11］ 田娟娟，杜慧娟，潘秋红，等. 电热板消解与密封罐消解对土壤中49种矿质元素ICP–MS法检测的影响［J］. 分析测试学报，2009，28（3）：319–325.
［12］ 储德韧，高文君，章明洪. 火焰原子吸收光谱法测定肥料中重金属含量的不确定度评估［J］. 工业计量，2019，29（5）：45–50.
［13］ 陈芳云，黄银波，王爱霞. 微波消解样品–电感耦合等离子体质谱法测定有机颜料中重金属元素［J］. 理化检验–化学分册，2014，50（7）：912–913.
［14］ 黄青青，刘星，张倩，等. 应用ICP–MS和AFS测定含磷肥料中重金属含量［J］. 光谱学与光谱分析，2014，34（5）：1403–1406.
［15］ 孙又宁. 氢化物发生–原子荧光光谱法同时测定肥料中砷、汞的研究［J］. 土壤肥料，2006（1）：44–47.
［16］ 吴翠蓉，尚素微，柴振林，等. 微波消解–原子荧光法测定肥料中砷汞含量［J］. 中国土壤与肥料，2013（3）：101–104.
［17］ 黄丽，林伟靖，黄宗平，等. 微波消解–ICP–OES法同时测定有机–无机复混肥中砷铬镉镍铅［J］. 分析与测试，2012，34（9）：816–818.
［18］ 芮丙奎，申建波，张福锁. 应用ICP–MS测定两种氮肥中重金属含量［J］. 光谱学与光谱分析，2008，28（10）：2425–2427.

Comparative study on determination of mercury in fertilizer by hydride generation atomic absorption spectrophotometry and direct mercury analyzer

DUAN Lu-lu[1, 2]，MA Xin-ping[1, 2]，YIN Jiong[1, 2]（1. Shanghai Research Institute of Chemical Industry Testing Co. Ltd.，Shanghai 200062；2. Shanghai Research Institute of Chemical Industry Co. Ltd.，Shanghai 200062）

Abstract：Mercury in fertilizer is one of the most important heavy metal pollutants. The research on the rapid determination method of mercury in fertilizer is of great significance for the safe production of fertilizer. In this study，through orthogonal design test，method detection limit，precision and accuracy test，the instrument conditions were optimized，and the best analytical conditions for the determination of mercury content in fertilizer samples by direct mercury analyzer were determined，which were compared with the hydride generation atomic absorption spectrophotometry specified in GB/T 23349–2020 determination of arsenic，cadmium，chromium，lead and mercury contents for fertilizers. The results show that the best combination of analytical conditions for direct mercury determination method determined by orthogonal test is "drying temperature 250 ℃，catalytic decomposition temperature 700 ℃，and starting determination temperature 300 ℃". The method has a good quadratic curve relationship. The detection limit is 0.0023 ng，the recovery is 93.8% ~ 103.9%，and the relative standard deviation is 3.2% ~ 6.3%. The comparison with the national standard shows that there is no significant difference between the direct mercury meter method and the hydride generation atomic absorption spectrophotometry. The method is simple，rapid，accurate and sensitive. It is suitable for the determination of mercury in different fertilizer varieties.

Key words：direct mercury meter method；national standard；fertilizer；mercury；orthogonal test