

2.1 不同浓度世罕泉水清除羟自由基结果(表 1) 随着世罕泉水天然苏打水浓度降低,其清除自由基的能力也随之降低,当浓度为 100%时,相对清除率可以达到 98%,表明世罕泉水天然苏打水具有明显的体外抗氧化作用,即有清除自由基的能力。

表 1 世罕泉水在不同浓度下清除羟自由基的结果

样品浓度(%)	原液	80%	60%	40%	20%	试剂空白
吸光度(A)	0.029	0.212	0.808	1.162	1.458	1.758
相对清除率(%)	98.000	88.000	54.000	34.000	17.000	—

2.2 不同种类水清除羟自由基能力比较(表 2、3) 世罕泉水的抗氧化效果相对较强,自来水和纯净水几乎无抗氧化作用。

表 2 不同种类水清除羟自由基的结果

指标	世罕泉	自来水	纯净水
A 值	0.029	1.68	1.686
相对清除率(%)	98.000	4.40	1.200

表 3 水样的电位值、pH 值、重碳酸盐含量测定情况

指标	世罕泉	自来水	纯净水
电位值(mV)	-20.23	-19.9	-3.78
pH 值	8.63	6.54	6.72
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mg/L)	405.00	29.3	5.98

### 3 讨论

本研究表明,抗氧化能力首先与电位值有关,世罕泉水电位值为-20.23mV,相对清除率达到 98%,自来水与世罕泉水比较,pH 值降低,重碳酸盐含量降低,虽然电位值相近,清除率也较低,所以清除率变化受 pH 和重碳酸盐含量影响。由于世罕泉水与自来水相对于纯净水含有多种成分,各因素综合作用引起清除率变化,可能是上述几种因素单一或综合产生一定的作用,也可能与其他一些因素有关,引起清除率相继改变,有待进一步研究探索。

近年研究由自由基引起的疾病已逐渐成为热点,若干研究都是通过清除自由基来评价天然氧化物抗氧化活性。目前用来检测清除自由基能力的方法有很多,包括分光光度法、荧光法、化学发光法、电子自旋共振技术等。

这些方法均为间接测定方法。荧光法操作简便、快速、方便,但该方法灵敏度容易受其他因素的影响,目前尚未完全成熟及标准化;分光光度法较简便、直接,且由于其所需设备简单,可供一般实验室检测使用,而被广泛采用。另外电子自旋共振法,在普通实验室不常用。本实验所用方法简便实用,是一种值得提倡的快速检测天然抗氧化物质抗氧化活性的方法。

收稿日期:2012-04-26

(王奕编辑 校对)

## 汞标准溶液稳定性探讨

赵庆松<sup>1</sup>,陈明岩<sup>1</sup>,徐立明<sup>1</sup>,杨璐<sup>1</sup>,李玲<sup>1</sup>,陈珍<sup>2</sup>

汞是一种毒性较强,熔点低、易挥发的重金属元素,是常温下唯一的液态金属,其游离存在于自然界或辰砂、甘汞等矿物中,汞中毒可导致水俣病。近年来,由于科技水平发展,居民对于汞污染可能造成的危害有了更深入的认识,汞的检测手段有了长足进步,从早期的冷原子吸收法、原子荧光法,到电感耦合等离子体质谱法,再到专门化的测汞仪,长期困扰检测人员的汞检测手段已得到解决。但由于汞具有强烈的亲硫性和亲铜性,易吸附在其他物质上,使汞标准溶液的稳定性远低于其他元素,实验室需要经常配制汞标准溶液,尤其对于低浓度的汞标准溶液,甚至现用现配。不但增加了检测人员的劳动强度,弃用的汞标准溶液也对环境造成了较大污染。本研究对 4 种介质条件下汞标准溶液的稳定性进行比较,为配制稳定有效的汞标准溶液提供科学依据。

### 1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 DMA-80 直接测汞仪(意大利 Milstone 公司);电子天平:感量 0.0001g。硝酸(优级纯);盐酸(优级纯);

金标准溶液:1000 $\mu$ g/mL 金标准贮备液(国家标准物质中心);金标准使用液:取适当金标准贮备液,以 2%硝酸逐级稀释至 100ng/mL;去离子水(电导率:18.2M $\Omega$ /cm);汞标准溶液:1000 $\mu$ g/mL 汞标准贮备液(国家标准物质研究中心)。

### 1.2 方法

1.2.1 水介质汞溶液配制 移取 1 mL 汞标准贮备液至 100 mL 容量瓶,以水稀释至刻度,摇匀;移取该溶液 0.1 mL 至 100 mL 容量瓶,以水定容至刻度,此溶液汞的含量为 10ng/mL。

1.2.2 硝酸介质汞溶液配制 移取 1 mL 汞标准贮备液至 100 mL 容量瓶,以 2%硝酸稀释至刻度,摇匀;移取该溶液 0.1 mL 至 100 mL 容量瓶,以 2%硝酸定容至刻度,此溶液汞的含量为 10ng/mL。

1.2.3 重铬酸钾介质汞溶液配制 移取 1 mL 汞标准贮备液至 100 mL 容量瓶,以 0.05%重铬酸钾/2%盐酸溶液稀释至刻度,摇匀;移取该溶液 0.1 mL 至 100 mL 容量瓶,以 0.05%重铬酸钾/2%盐酸溶液定容至刻度,此溶液汞的含量为 10 ng/mL。

1.2.4 金介质汞溶液配制 移取 1 mL 汞标准贮备液至 100 mL 容量瓶,以 100 ng/mL 金溶液稀释至刻度,摇匀;移取该溶液 0.1 mL 至 100 mL 容量瓶,以 100 ng/mL 金溶液/2%硝酸溶

作者单位:1. 吉林出入境检验检疫局,长春 130062;2. 吉林大学化学学院

作者简介:赵庆松(1977-),男,吉林长春人,工程师,硕士,研究方向:元素分析。

液定容至刻度,此溶液汞的含量为 10 ng/mL。

1.2.5 测汞仪条件 干燥温度 200 °C,干燥时间 1 min,冲洗时间 30 s,齐化管加热时间 12 s,汞齐释放温度 900 °C,记录时间 24 s,氧气流速 6 mL/min,进样量 0.1 mL。

1.2.6 标准曲线制作 移取适当的汞标准贮备液,以 0.05% 重铬酸钾/2% 盐酸溶液逐级稀释成含汞:5、10、20、50、100、200、400ng/mL 的标准系列。同时配制空白溶液。

## 2 结果

4 种介质配制的汞溶液稳定性测定(表 1,图 1),从汞溶液

表 1 4 种介质配制的汞溶液稳定性比较

时间(d)	水介质	2%硝酸介质	100ng/mL	0.05%重铬酸钾
			金溶液介质	/盐酸介质
1	8.48	9.40	9.61	9.71
2	7.42	9.06	9.56	10.00
5	8.16	8.41	9.44	9.54
10	7.60	7.75	9.66	9.83
15	7.36	8.57	8.69	10.02
20	7.24	8.23	9.64	9.88
25	6.34	7.84	9.60	10.02
35	4.27	6.38	9.59	9.88
55	2.76	4.39	10.34	10.17
70	1.88	3.62	9.76	10.10

稳定性趋势图中可以看出,4 种介质配制的汞溶液随着时间推移,水介质和 2%硝酸介质汞溶液的稳定性较差,而 100ng/mL 金溶液和 0.05% 重铬酸钾/盐酸溶液的汞溶液稳定性较好,其中 0.05% 重铬酸钾/盐酸溶液尤为稳定,超过 2 个月的时间,基本无变化。

## 3 讨论

测定结果趋势图表明,水介质的汞溶液第 2d 就会损失 15%,至第 5d 会损失 20%,以此溶液做为标准溶液,会直接导致校准结果偏差。2%硝酸介质的汞溶液 2d 内是可以接受,至第 5d 后也会出现较大的变化。原因可能是水中的还原性物质将汞离子还原为汞单质,而汞单质由于其具有较强的亲硫性和亲铜性,会吸附在器皿壁上进而导致溶液中汞浓度下降,影响汞溶液稳定性。而金溶液介质和重铬酸钾介质汞溶液稳定性较好,尤其是重铬酸钾介质,在近 2 个月测试过程中,汞浓度基本无变化,原因可能是在金介质中,即使有汞原子析出,由于汞的亲金性,会很容易与金离子结合成金-汞溶胶,不会吸附在器皿壁上,保持了汞溶液稳定性。而以重铬酸钾介质的汞溶液之所以稳定的最主要原因可能是由于重铬酸钾溶液具有一定的氧化性,保证了汞离子不被溶液中的还原物质还原,从而保证了汞溶液稳定性。

在测试工作中,标准溶液的稳定性非常重要的,直接关系到检测结果的准确性。对于汞标准溶液尤其如此,多数实验室为保证汞标准溶液稳定性,多现用现配,虽然能够保证汞标准溶液稳定性,但也带来了一定弊端,一是增加了检测人员的劳动强度,二是废弃的汞标准溶液对环境造成一定的危害。而使用金介质或重铬酸钾介质则可以避免上述弊端。

收稿日期:2012-04-17

(王奕编辑 校对)

图 1 汞溶液稳定性趋势图

# 工作场所空气中丙烯腈毛细管柱气相色谱法检测

曹思愈,杨宝玺

**摘要:**目的 采用毛细管柱气相色谱法对工作场所空气中丙烯腈进行测定。方法 样品经分流进样,毛细管气相色谱柱分离,氢火焰离子化检测器(FID)检测。结果 本方法线性范围为 0~200  $\mu\text{g/mL}$ ;回归方程为  $y = 0.8152x - 0.9161$ ,相关系数  $r = 0.99983$ ;检出限为 0.2  $\mu\text{g/mL}$ ;最低检出浓度为 0.03  $\text{mg/m}^3$ (以采集 7.5L 空气样品计);不同浓度的精密密度为 1.76%~3.50%;回收率为 96.1%~98.9%。结论 该方法具有较高灵敏度和良好分离效率,在实际工作中可以更好地满足工作场所空气中丙烯腈检测需要。

丙烯腈是一种重要化工原料,用途十分广泛,可以用来生产聚丙烯腈纤维(即合成纤维腈纶)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯塑

料(ABS)。丙烯腈属于高毒物品,也是一种可疑人类致癌物,可经呼吸道和皮肤吸收。GBZ/T 160.68-2007《工作场所空气有毒物质测定腈类化合物》<sup>[1]</sup>规定,丙烯腈采用聚乙二醇填充柱溶剂解吸-气相色谱法进行检测,检出限为 2 $\mu\text{g/mL}$ 。本研究采用毛细管气相色谱柱分流进样技术对丙烯腈进行检测,