

生物样品中微量总汞的分析方法

本标准适用于粮食、鱼类、蛙类、禽类、人发和水草介质中微量总汞的定量分析。

本标准的样品消解分为五氧化二钒-硝酸-硫酸法（简称五氧化二钒法）和亚硝酸钠-硝酸-硫酸法（简称亚硝酸钠法）。对于水草样品两法可任意选择使用。用五氧化二钒法消解粮食样品，当取样量为1 g或低于1 g时3.2.1.1 a、b两法可任意选择使用，当取样量为2 g时，须用3.2.1.1 a法。

本标准的测定下限为0.003 μg/g（取样量2 g时）。

1 方法概要

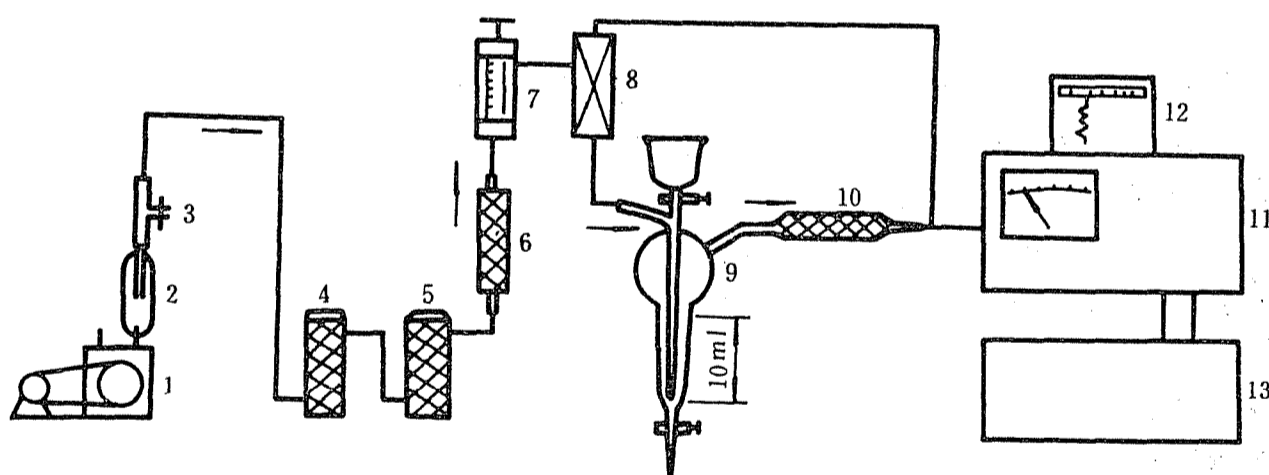
五氧化二钒-冷原子吸收法是以五氧化二钒做催化剂，利用硫酸在反应中能脱水和提高反应温度的性能，以及硝酸生成亚硝基硫酸而使一氧化氮氧化成二氧化氮的性质，使样品中的有机物充分氧化分解，而使样品中各种形态的汞全部转化为离子汞，用氯化亚锡还原气化后，冷原子吸收法测定。

亚硝酸钠-冷原子吸收法是用亚硝酸钠、硝酸、硫酸在140~180℃电热板上加热消解，使样品中各种形态的汞全部转化为离子汞，用氯化亚锡还原气化后，冷原子吸收法测定。

2 主要仪器和试剂

2.1 主要仪器

- a. 590型测汞仪（用50档，上海分析仪器厂）及10 ml汞发生器装置一套（见图）；



测汞装置

- 1—送气泵，2XQ-0.9~30 l/min；2—除油瓶；3—玻璃三通管；4—氯化钙干燥管；
5—碘化活性炭净化器；6—烧碱石棉干燥管；7—浮子流量计，LF 6-2，1 l/min；
8—三通电磁阀，ZCPE-1.5，口径φ 1 mm；9—汞发生器；10—烧碱石棉干燥管；

11—测汞仪，590型；12—自动记录仪，XWD₁-100型；13—电子交流稳压器

- b. 电砂浴（能升温到表面温度300℃）、电热板；

2.2 试剂

- a. 本标准所用水为去汞水（要求处理到水的空白值在仪表上无读数）；
 - b. 硝酸（G. R.）：5 %水溶液；
 - c. 硫酸（G. R.）：5 %水溶液；
 - d. 五氧化二钒（A. R.）；
 - e. 亚硝酸钠（A. R.）；
 - f. 高锰酸钾（G. R.）：5 %水溶液；
 - g. 盐酸羟胺（A. R.）：20 %水溶液；
 - h. 20 %氯化亚锡溶液：称取20g氯化亚锡（A. R.），于烧杯中，加入10ml浓盐酸（G. R.）微热溶解后，用水稀释到100ml摇匀。
 - i. 保护剂：称取0.5g重铬酸钾（A. R.），溶于1000ml 5 %的硝酸；
 - j. 汞标准贮备液（100 μ g/ml）：称取0.1354g氯化汞（A. R.），用少量保护剂先溶解后再稀释定容至1000ml，放置阴暗处。
- 汞标准工作液：按工作需要，取贮备液用保护剂稀释。

3 操作步骤

3.1 样品的采集和制备

3.1.1 粮食

用剪刀剪下不同植株的成熟果实，去壳，于阴暗处风干，备用。

3.1.2 鱼类

取整条鱼洗净、去鳞、去内脏、洗净、沥干水分。用前去皮，取其脊肉，备用。

3.1.3 蛙类

取蛙去头、去内脏、洗净去皮、沥干水分，取腿肉，备用。

3.1.4 禽类

取禽类去毛、去内脏、洗净、沥干水分。用前去皮，取其胸肌，备用。

3.1.5 人发

取发根以上1 cm左右的人发，用少量水浸泡10分钟，加入约20ml 1 %的中性洗涤剂，搅拌均匀后浸泡半小时，捞出、洗净、风干剪成5 mm长的碎段备用。

3.1.6 水草、蔬菜

水草：去根去黄叶洗净，阴干后碾碎备用。

蔬菜：去根去黄叶，洗净，沥去水分备用。

3.2 样品消解

3.2.1 五氧化二钒法

3.2.1.1 粮食

a 法：取粮食1.000~2.000g于100ml三角烧瓶内，加入约50mg五氧化二钒及14ml硝酸，盖上小烧杯放置过夜，次日取下小烧杯，加上小漏斗，置于160℃左右电砂浴上加热至沸后取下，冷至室温，加入16ml硫酸，待激烈反应停止后，置于220~260℃电砂浴上加热消解30分钟左右，消解至样品出现棕红色，不再沸动，无明显二氧化氮析出时即可取下（若溶液出现蓝色，立即取下，稍冷后补加1ml硝酸，再于电砂浴上消解几分钟后取下），稍冷后，用20ml水洗涤小漏斗及三角烧瓶内壁，取下小漏斗，摇匀，置于240℃电砂浴上加热至沸，取下加入50ml水于室温放置2小时以上。测定前将消化液边摇边滴加高锰酸钾溶液，使样品溶液红色保持1分钟内不退为止，放置10分钟左右，边摇边滴加盐酸羟胺，使样品溶液红色退尽，转入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，再放置10分钟后即可测定。

b 法：取粮食1.000g于100ml三角烧瓶内，加入约50mg五氧化二钒及10ml硝酸，盖上小烧杯放置过夜，次日取下小烧杯，加上小漏斗，置于160℃电砂浴上加热至沸，取下冷至室温后，加入10ml硫酸，待激烈反应停止后，置于220~260℃电砂浴上消化25分钟左右，待样品溶液不再沸动，瓶内无明显二