

土壤中微量总汞的分析方法

本标准适用于污染及本底土壤（底质）样品中，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）。两法可任意选择使用。

本标准的测定下限为 $0.006\mu\text{g/g}$ （取样量 1g 时）。

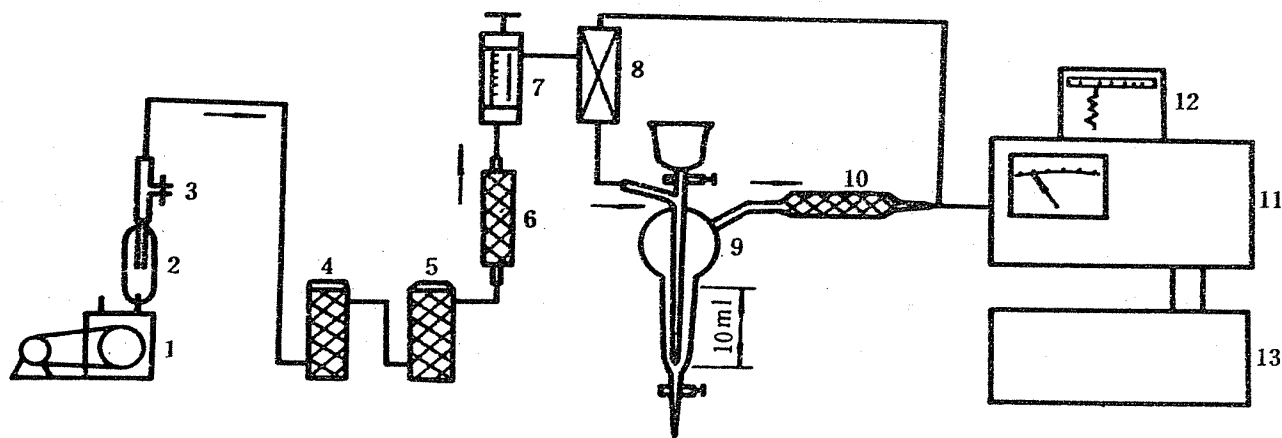
1 方法概要

试样经五氧化二钒法或亚硝酸钠法消解，将样品中各种形态的汞转变为汞离子，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（上海分析仪器厂，用50档）及10ml汞发生器装置一套（见图）；



测汞装置

- 1—送气泵，2 XQ-0.9~30l/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 $\phi 1\text{mm}$ ；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°C ）、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.) : 20% 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10ml浓盐酸 (G. R.) 微热溶解后用水稀释至100ml;
 - i. 保护剂: 称取0.5g重铬酸钾 (A. R.) 溶于1000ml 5% 的硝酸中;
 - 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

取深度小于5cm的表土(或底质), 在通风阴暗处风干, 研磨, 过80目筛, 备用。

3.2 样品消解

3.2.1 五氧化二钒法

取土壤(底质) 0.100~0.500g (视含汞量而定) 于100ml三角烧瓶内, 加入约50mg五氧化二钒及6ml硝酸, 加上小漏斗置于160 $^{\circ}$ C电砂浴上加热至沸, 取下冷却后, 加7ml硫酸, 置于200~240 $^{\circ}$ C电砂浴上消解20分钟左右, 至样品溶液呈棕红色, 不再沸动, 无明显二氧化氮析出时即可取下, 稍冷后, 用20ml水洗涤小漏斗及三角烧瓶内壁, 取下小漏斗, 摇匀样品溶液, 置于240 $^{\circ}$ C电砂浴上加热至沸, 取下加入50ml水于室温放置2小时以上。测定前将消解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, 用水稀释到刻度, 摇匀, 再放置10分钟后即可测定。

3.2.2 亚硝酸钠法

称取土壤(底质) 0.100~1.000g (视含汞量而定) 于100ml三角烧瓶内, 加入约50mg亚硝酸钠, 6ml硝酸及7ml硫酸, 摇匀, 加上小漏斗, 置于表面温度为140 $^{\circ}$ C的电热板上消解30分钟, 取下稍冷后加10ml水, 摇匀, 再置于表面温度为140~180 $^{\circ}$ C的电热板上加热30分钟以赶尽氮氧化物(样品液面不析出二氧化氮) 即可取下, 冷至室温后加入20ml水, 边摇边滴加高锰酸钾溶液至红色不退, 然后加几滴盐酸羟胺, 摇动后使高锰酸钾红色退尽为止, 转移到100ml容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 放置10分钟进行测定。

3.3 样品测定

准确吸取10ml上述消化液于汞发生器内, 加入1ml氯化亚锡溶液后立即测定, 用样品测得值减去空白测得值后, 由标准曲线上查出相应汞含量。

3.4 标准曲线的绘制

于100ml容量瓶中分别加入含0.000、0.040、0.080、0.160、0.240、0.320 μ g汞的标准溶液, 用5%硫酸定容, 摇匀, 分别吸取10ml溶液按3.3测定。以加汞的标准溶液的测得值减去空白值后对相应汞量, 绘制标准曲线。

4 结果计算

$$C = \frac{A}{\frac{V_1}{V_0} \times G}$$

式中: C ——样品总汞含量, μ g/g;
 A ——标准曲线上查得汞量, μ g;
 V_0 ——定容体积, ml;