

水质 总汞的测定
高锰酸钾-过硫酸钾消解法
双硫脲分光光度法

UDC 614.777:543
.422:546.49

GB 7469—87

Water quality—Determination of total mercury—
potassium permanganate—potassium persulfate decomposed
method—Dithizone spectrophotometric method

本标准适用于生活污水、工业废水和受汞污染的地面水。

用双硫脲分光光度法测定汞含量，在酸性条件下，干扰物主要是铜离子。在双硫脲（二苯硫代胍脲）洗脱液中加入1%（*m/v*）EDTA二钠（乙二胺四乙酸二钠），至少可掩蔽300 μg 铜离子的干扰。

本方法的摩尔吸光系数 $\epsilon = 7.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

取250ml水样测定，汞的最低检出浓度为2 $\mu\text{g/L}$ ，测定上限为40 $\mu\text{g/L}$ 。

1 定义

总汞：未过滤的水样，经剧烈消解后测得的汞浓度，它包括无机的、有机结合的、可溶的和悬浮的全部汞。

2 原理

在95 $^{\circ}\text{C}$ 用高锰酸钾和过硫酸钾将试样消解，把所含汞全部转化为二价汞。

用盐酸羟胺将过剩的氧化剂还原，在酸性条件下，汞离子与双硫脲生成橙色螯合物，用有机溶剂萃取，再用碱溶液洗去过剩的双硫脲。

3 试剂

除另有说明外，分析中仅使用水（3.1）及公认的分析纯试剂，其中含汞量要尽可能少*。

3.1 去离子水：电阻率在500,000 $\Omega \cdot \text{cm}$ （25 $^{\circ}\text{C}$ ）以上。

3.2 无水乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ）：优级纯。

3.3 氯仿（ CHCl_3 ）：重蒸馏并于每100ml中加入1ml无水乙醇（3.2）作保存剂。

3.4 硫酸（ H_2SO_4 ）： $\rho_{20} = 1.84\text{g/ml}$ ，优级纯。

3.5 硝酸（ HNO_3 ）： $\rho_{20} = 1.4\text{g/ml}$ ，优级纯。

3.6 硝酸：约0.8mol/L溶液。

将50ml硝酸（3.5）用水稀释至1000ml。

3.7 高锰酸钾：50g/L溶液。

将50g高锰酸钾（ KMnO_4 ，优级纯，必要时重结晶精制）溶于水并稀释至1000ml。

注：制备操作要小心，避免未溶解颗粒沉淀或悬浮于溶液中（必要时可加热助溶）。

* 如采用的试剂导致空白试验值偏高，应改用级别更高的或经过提纯精制的试剂。

溶液贮存在棕色具磨口塞的玻璃瓶中。

3.8 过硫酸钾：50g/L 溶液。

将5g过硫酸钾 ($K_2S_2O_8$) 溶于水并稀释至100ml。

使用当天配制此溶液。

3.9 盐酸羟胺：100g/L 溶液。

将10g盐酸羟胺 ($NH_2OH \cdot HCl$) 溶于水并稀释至100ml。

每次用5ml双硫脲溶液 (3.12) 萃取，至双硫脲不变色为止，再用少量氯仿 (3.3) 洗两次。

3.10 亚硫酸钠：200g/L 溶液。

将20g亚硫酸钠 ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$) 溶于水并稀释至100ml。

3.11 双硫脲：1g/L 氯仿溶液。

将0.1g双硫脲 ($C_6H_5N:NCSNHNHC_6H_5$) 溶于20ml氯仿中，滤去不溶物，置分液漏斗中，每次用50ml 1+100氨水提取5次，合并水层，用6mol/L盐酸中和后，再用100ml氯仿 (3.3) 分三次提取，合并氯仿层贮于棕色瓶中，置冰箱内保存。

3.12 双硫脲：透光率约为70% (波长500nm, 10mm比色皿) 的氯仿溶液。

将双硫脲溶液 (3.11) 用氯仿 (3.3) 稀释而成。

3.13 双硫脲洗脱液

将8g氢氧化钠 ($NaOH$, 优级纯) 溶于煮沸放冷的水中，加入10gEDTA二钠 ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)，稀释至1000ml，贮于聚乙烯瓶中，密塞。

3.14 重铬酸钾：4g/L 酸溶液。

将4g重铬酸钾 ($K_2Cr_2O_7$, 优级纯) 溶于500ml水中，然后缓慢加入500ml硫酸 (3.4) 或者500ml硝酸 (3.5)。

3.15 汞：相当于1g/L汞的标准溶液。

称取1.354g氯化汞 ($HgCl_2$)，准确至0.001g，通过漏斗转移至1000ml容量瓶，加入少量水(同时冲洗漏斗)和25ml硝酸 (3.5)，溶解后用水稀释至标线并混匀。

本溶液在硼硅玻璃瓶中可贮存至少一个月。

1.00ml此标准溶液含1.00mg汞。

注：在稀释到标线前加入50ml酸性重铬酸钾溶液 (3.14) 可以稳定此溶液至少三个月。

3.16 汞：相当于50mg/L汞的标准溶液。

将25.0ml的汞标准溶液 (3.15) 转移至500ml容量瓶内，用硝酸溶液 (3.6) 稀释至标线并混匀。

1.00ml此标准溶液含50.0μg汞，当天配制。

3.17 汞：相当于1mg/L汞的标准溶液。

将10.0ml汞标准溶液 (3.16) 置500ml容量瓶内，用硝酸溶液 (3.6) 稀释至标线并混匀。

1.00ml此标准溶液含1.00μg汞，临用前配制。

4 仪器

所有玻璃器皿在两次操作之间不应让其干燥，而应充满硝酸溶液 (3.6)，临用前倾出硝酸溶液，再用水 (3.1) 冲洗干净。

第一次使用的玻璃器皿应预先进行下述处理：

用1+1硝酸溶液浸泡过夜；

临用前配制下列混合液：4份体积硫酸 (3.4) 加1份体积高锰酸钾溶液 (3.7)。用这种混合液清洗；

用盐酸羟胺溶液 (3.9) 清洗，以除去所有沉积的二氧化锰；

最后用水 (3.1) 冲洗数次。