

• 工作经验 •

汞测定中应注意的几个问题

林源红, 王鸿飞

(晋中市环境监测站, 山西 晋中 030600)

中图分类号: O657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2002)02-0030-01

目前常用冷原子吸收法测定水中汞。它是测定水中低含量汞的特异方法, 干扰因素少, 灵敏度较高。但该方法要求较高, 测定过程中有不少因素可影响分析结果的准确度和精密度, 今提出用冷原子吸收法测汞应注意的一些问题, 供参考。

1 实验用水

分析中配制溶液和稀释试样, 均需用去离子水。通过多次实验表明: 用刚制备的去离子水作空白试验, 空白值低。如用存放一段时间的去离子水作空白试验, 空白值变高, 有时会成倍增高。因此, 必须用新制的去离子水。

2 试剂的纯度

冷原子吸收法测汞的试剂中, 主要是由高锰酸钾带来的污染, 采用优级纯的高锰酸钾试剂有时也不能满足测定要求, 需对其进行精制, 盐酸羟胺溶液、氯化亚锡溶液等必需通入高纯氮除汞, 这样才能降低分析方法的检测限, 提高分析结果的准确度。

3 玻璃器皿的洗涤

所用的玻璃器皿均需以 7.5 mol/L 硝酸浸泡过夜, 用自来水冲洗, 再用去离子水冲洗干净, 控干备用。洗涤前应根据测试需要先列出所要用的玻璃器皿, 以免遗漏。这里要特别注意, 用于贮存汞标准贮备液的试剂瓶和稀释汞标准溶液的容量瓶, 放置一段时间后重新使用时, 要按洗涤玻璃器皿的方法洗涤干净, 以去除吸附其上面的微量汞。

4 试样的制备

数年来一直采用以下方法进行水样消解: 即取 25.0 mL 均匀水样于 100 mL 锥形瓶中, 加入浓硫酸 1 mL、50 g/L 高锰酸钾溶液 1 mL, 混匀, 置电热板上微沸 30 min。冷却后逐步滴加 200 g/L 盐酸羟胺溶液, 至高锰酸钾的紫色刚好褪尽。振摇后放置数分钟, 使产生的氯气逸尽。移入 25 mL 带刻度、磨口莲蓬形多孔吹气头的还原瓶中, 再加去离子水至 25 mL, 测定。此消解法克服了《水和废水监测分析方法(第3版)》试样制备中的消解时间长及测定前需转移至容量瓶中定容等缺点。

5 冷原子吸收测汞仪

冷原子吸收测汞仪, 使用前要充分预热, 至少 40 min。特别值得注意的是, 汞蒸气吸收池经过长时间使用会吸附微量汞, 必须随时清洗除汞, 以免影响分析结果。具体作法是, 在测汞仪进气口用滴管加入一定量的无水乙醇, 使之吸入吸收池内, 并在测汞仪出气口连接适当长度的硅胶管至室外, 抽气使乙醇蒸气与微量汞蒸气排出, 重复几次, 汞蒸气吸收池内的汞就能去除干净, 这样可提高仪器的灵敏度。

6 实验室环境

汞分析测定对实验室环境的洁净度要求较高, 测汞实验室不能与使用氯化汞的分析项目混在一起, 尽可能单设汞分析室。另外, 测汞用的玻璃器皿、化学试剂亦应专用。

收稿日期: 2001-09-10; 修订日期: 2002-02-06

作者简介: 林源红(1963-), 女, 山西榆次人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。