

气相分子仪测定水质中的汞

陆 磊¹, 施建兵¹, 臧平安²

(1. 张家港市环境监测站, 江苏 张家港 215600; 2. 上海安杰环保科技有限公司, 上海 201900)

摘 要:气相分子仪目前仅应用于测定水质中的总氮、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、氨氮、硫化物等, 为拓宽应用范围, 试用于测定水质中的汞取得了较好的结果。实验表明, 该方法灵敏度高, 检出限为 0.002 ng, 能满足环境分析要求。

关键词:气相分子仪; 汞; 水质

中图分类号:X853 **文献标识码:**A

Determination of Mercury in Water by Gas - Molecule - Absorption Spectrophotometer

LU Lei¹, SHI Jian-bing¹, ZANG Ping-an²

(1. Zhangjiagang Environmental Monitoring Station, Zhangjiagang, Jiangsu 215600, China;

2. Shanghai An - jie Environmental Protection Technology Co. Ltd, Shanghai 201900, China)

Abstract: Gas - molecule - absorption spectrophotometer is currently being limited to the following tests: total nitrogen, $N - NO_3^-$, $N - NO_2^-$, $NH_3 - N$, S_2^{2-} in water. This paper branches out into determination of mercury in water by this device. The experiments demonstrate that this method has a very high sensitivity, with its limit of detection reaching as low as 0.002 ng, which can obtain good test results and satisfy the requirements for the environmental analyses.

Key words: gas - molecule - absorption spectrophotometer; mercury; water quality

汞及其化合物属于剧毒性物质, 可在人体内蓄积, 进入水体的无机汞可转化为毒性更大的有机汞, 经食物链进入人体, 引起全身中毒。汞也是我国排放污染物总量控制指标之一, 如何快速、低成本地进行检测, 是广大环保工作者努力探索的课题。为拓宽气相分子仪的应用范围, 采用气相分子仪测定水质中的汞, 经实践已取得较好的测定结果。

1 主要仪器和试剂

气相分子仪: AJ 2100 型(含微机数据处理系统);

盐酸: 3 mol/L, 6 mol/L, 优级纯;

重铬酸钾: 0.1% 水溶液, 优级纯或基准试剂;

汞标准液: 40 mg/L;

硼氢化钠: 0.5%, 溶于 0.1% NaOH 水溶液中, 现配。

2 测定原理

在 2~6 mol/L 盐酸介质中, 加入六价铬氧化

有机汞, 使无机汞和有机汞均生成极其稳定的氯化汞氢($HgHCl_3$ 络合物), 加入硼氢化钠, 将氯化汞氢中的汞还原成单质汞, 于 253.7 nm 波长下测定吸光度, 以校准曲线法计算总汞的含量。

3 测定步骤

3.1 校准曲线绘制

开机并运行应用软件, 依对话框提示, 从键盘输入 0.4.00、6.00、8.00、10.00、12.00 ng 的标准汞液值(自配), 然后将反应瓶盖插入含 10 mL 水的清洗瓶中, 启动空气泵, 以 0.6 L/min 的流量清洗管路。洗净样品反应瓶, 向其中加入 10 mL 6 mol/L 盐酸, 及 0.2 mL 0.1% 的重铬酸钾。从清洗瓶中提出反应瓶盖并关闭空气泵, 密闭样品反应瓶后, 用定量加液器加入 1 mL 0.5% 的硼氢化钠, 按下自动调零按钮至读数为零, 再次启动空气泵并按下读数按钮, 依次测定标准样品(注: 每个样品测

收稿日期: 2004-04-30; 修订日期: 2004-06-10

作者简介: 陆 磊(1966—), 男, 江苏张家港人, 工程师, 双本科学历, 从事环境监测与管理工作。

定总时间少于 2 min), 绘制标准曲线。气液分离吸收装置示意图见图 1。

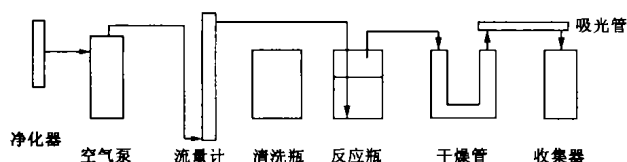


图 1 气液分离吸收装置示意^[1]

3.2 水样的测定^[1,2]

根据水样含汞量, 取水样不大于 5 mL。按校准曲线绘制的方式进行水样测定。

空白即为 0 标准溶液, 因此, 测定水样前, 将上述 0 标准溶液的吸光度输入计算机, 即可进行空白校正。

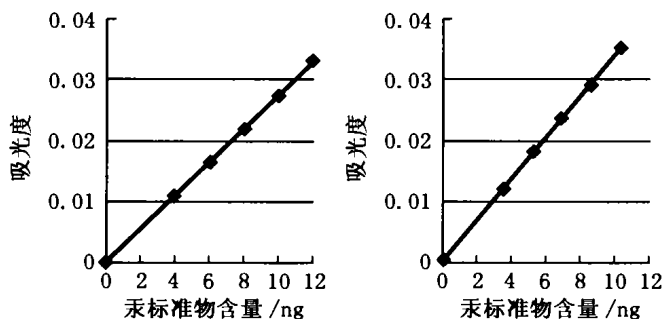


图 2 实验 1 回归曲线

图 3 实验 2 回归曲线

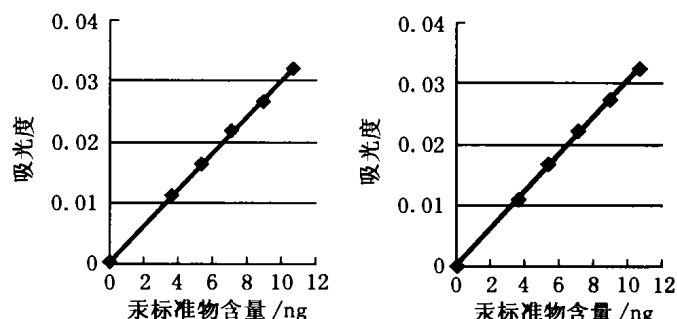


图 4 实验 3 回归曲线

图 5 实验 4 回归曲线

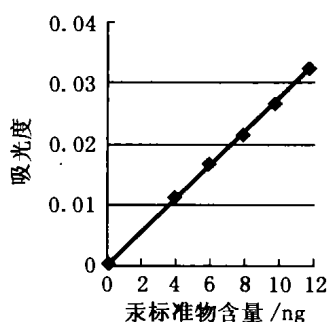


图 6 实验 5 回归曲线

对外购标准物质 (样品保证值为 9.7 ± 1.1 μg/L) 测定, 重复 6 次, 标准偏差为 0.059, 平均值为 8.84 μg/L, 满足了监测质量管理要求。

5 测定要点与注意事项

在含 0.05 μg 汞的 3 mol/L 盐酸溶液中, 分别加入 1 mg 的 Cu²⁺、Pb²⁺、Zn²⁺、Cd²⁺、Ni²⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Fe³⁺、Al³⁺、Cr⁶⁺、Sn²⁺、Sb³⁺, 均不影响测定。S²⁻ 产生正干扰, 可在加入硼氢化钠前, 通气

4 结 果

依校准曲线绘制和样品测定方法, 将汞含量与吸光度作线性回归分析, 2004 年 1—3 月所作回归方程 ($y = a + bx$) 和样品加标回收率如表 1、图 2~6 所示。

表 1 回归方程参数、样品加标回收率

	a	b	r	样品加标回收率 %
1	-0.000 1	0.002 8	0.999 9	104
2	0.000 2	0.002 8	0.999 8	98.3
3	0.000 1	0.002 8	0.999 9	104
4	0.000 2	0.002 8	0.999 9	103
5	0.000 2	0.002 8	0.999 9	99.0

将其挥发除去。三氯化碳、四氯化碳产生负干扰, 当盐酸增至 6 mol/L 时, 干扰可消除。水样中存在亚硝酸盐时, 必须加入 2 滴 10% 的氨基磺酸, 分解亚硝酸盐成为氮气后, 才可进行测定。

6 结 语

《水和废水监测分析方法》(第 4 版) 纳入了气相分子吸收光谱法, 其主要应用于测定水质中的总氮、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、氨氮、硫化物等污染指标, 本实验将气相分子仪应用于水质汞的测定, 拓宽了气相分子仪的应用范围, 取得了较好的效果, 测定时耗短, 试剂易得, 可免去加热消解。方法灵敏度高、稳定性好, 检出限为 0.002 ng, 能满足环境分析要求。

[参考文献]

- [1] 国家环保总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 355-359, 274-276.
- [2] GB7468—87, 总汞冷原子吸收光度法[S].