

冷原子吸收法测定化探样和水样中的微量汞

一、试剂

混合酸：2份硫酸与1份硝酸混合。

还原剂：在已盛有600ml水的1000ml容量瓶中，依次加入100ml浓硫酸，5g氯化钠，10g盐酸羟胺和20g二氯化锡（固体试剂先用水溶解后加入）。用水稀释至1000ml，摇匀。

汞标准溶液：准确称取0.1354g氯化高汞于0.5N H_2SO_4 溶液中，并以0.5N H_2SO_4 稀释至1000ml，摇匀。此液含汞100ppm。汞的工作溶液必须在当天分取配制。

二、操作手续

（1）标准曲线的绘制：

取1ml汞储备液（100ppm）于已盛有400ml蒸馏水的500ml容量瓶中，加1:1硫酸10ml，水稀刻度，摇匀。配制成200ppb汞的工作溶液。

在一组各盛有100ml蒸馏水的250ml容量瓶中，分别移取汞的工作溶液0、0.5、……40ml，加混合酸10ml，5%高锰酸钾溶液2ml，在水浴上（70~80℃）加热20分钟，取下于流水中冷却。滴加10%盐酸羟胺，使高锰酸钾褪色为止。用蒸馏水稀释刻度摇匀。得到0.4……3.2ppb的汞标准系列溶液。

用100ml滴定管分别移取50ml汞标准系列溶液于120ml扩散器中，再从另一支50ml滴定管中放入5ml SnCl_2 还原剂，立即将扩散器的两个管咀分别套上胶皮管夹紧，振摇50次，开动真空泵抽气，拔去扩散器的出气管咀上的橡皮管，并将出气管咀立即接到干燥管下端相联的导气橡皮管上，再拔去扩散器上另一管咀的封闭橡皮管，气流立即畅通。扩散器中的汞蒸气立即被气流导入汞气吸收池。待记录笔达到最高峰后，撤去扩散器清洗。记录笔很快回零，作下一个测定。

同时作2—3个空白测定。减去空白值（格）后，绘制汞标准曲线。

（2）地质化探样品中微量汞的测定

称0.1000g矿样于双球玻璃管的下球中，加适量还原铁粉（约1g），于酒精喷灯（或专用电炉）火焰上灼烧、待样品熔完全后，拉掉下球，并封口。于管中加入混合酸（硫酸:硝酸=2:1），充满玻璃球为止。直立在盛有热水的大烧杯中，将热水继续加热15—20分钟以溶解汞。将玻璃管中的汞溶液倾于250ml容量瓶中，并用少量混合酸洗一次，控制总酸量与标准系列一致。再用水冲洗2次，使体积为100—150ml，加5%高锰酸钾溶液2ml，下同标准系列的操作测定。由标准曲线中查得汞量并计算结果。

（3）水样中汞的测定：

汞的富集：水样不过滤。准确移取250ml水样于500ml容量瓶中，加30ml混合酸，15ml 5%高锰酸钾溶液，2ml 5%过硫酸铵溶液，在70—80℃的水浴上加热20—30分钟。若在加热过程中紫色褪去，可补加高锰酸钾直至紫色不褪并过量2ml，再加热10分钟，取下冷至40℃左右，滴加盐酸羟胺以消除高锰酸钾和溶解二氧化锰沉淀。

将处理好的水样全部倒入500ml气洗瓶中，并用水洗三次，溶液合并。加10ml还原剂，立即盖紧，用带夹的短橡皮管堵住两个管咀，振摇50次。将洗气瓶的出气管咀接于富集装置，拔去另一管咀上的短橡皮管。将所产生的汞蒸气以2—3升/分的气流导入扩散器（内盛有50ml水加2ml 5%的高锰酸钾溶液，1:1硫酸5ml）中，汞蒸气被高锰酸钾吸收溶解于小体积中被富集。（先用3升/分气流抽气10分钟，再用5升/分气流抽气2—3分钟，以赶尽母液中的残留汞。）

汞的测定：在富集了汞的扩散器中，滴加10%的盐酸羟胺，使紫红色消失，加5ml还原剂，堵住管咀，振摇50次，接于测柱装置抽气，用2537Å波长测定吸收值。由测得值减去空白值后，在汞标准曲线上查出汞量并计算结果。

化探样品中汞的测定结果

Analytical results in geochemical samples

样 号		2	5	6	7	9	17
方 法							
比色法结果 (%)		0.039	0.048	0.024	0.043	0.019	0.048
冷吸 原收 子法	酸溶结果 (%)	0.038	0.050	0.019	0.025	0.011	0.036
	灼烧—原溶矿结果 (%)	0.035	0.054	0.019	0.035	0.014	0.046

广东地矿局第九实验室 汪 浩