

黄原酯棉富集-冷原子吸收法测定 水和地质样品中的痕量汞

蔡述伟^①

地矿部南京综合岩矿测试中心 210018

摘要 研究了黄原酯棉富集 Hg 的最佳条件, 用黄原酯棉富集-冷原子吸收法测定水和地质样品中的痕量 Hg, 方法灵敏、快速。

关键词 汞 黄原酯棉 分离富集 冷原子吸收法

冷原子吸收法是测定痕量 Hg 的灵敏方法^[1], 但对含 Hg 量很低的样品若不采取富集手段, 其检测下限不能满足环境科学及一些地质研究工作的需要。笔者研究了黄原酯棉对 Hg 的吸附行为, 并用于水样和一些地质样品中痕量 Hg 的富集, 水样和地质样品的测定下限分别为 5 ng/L 和 5 ng/g。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

XG-3 型测汞仪 (北京地质仪器厂生产), Philips PM 8220 笔录式记录器。

仪器工作条件 灯电流 3 mA, 负高压 -250 V, 倍率选择 $\times 1$, 吸光度量程 0.1。

1.2 主要试剂

Hg 标准溶液 称取优级纯 HgCl_2 按常法配制成含 Hg 1 mg/ml 的储备液 (0.5 mol/L H_2SO_4 -0.01% $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 介质)。工作溶液用 0.5 mol/L H_2SO_4 -0.01% $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液稀释。

黄原酯棉 制备方法见文献^[2]。

1.3 实验方法

称取 0.15 g 黄原酯棉置于漏斗颈 (ϕ 0.3 cm) 中, 制成约 3 cm 的黄原酯棉柱。分取一定体积含 Hg 的 1% 王水溶液, 以约 5 ml/min 的流速通过黄原酯棉柱。取出黄原

酯棉, 置于 10 ml 带塞比色管中, 加 2 ml (1+1) 王水, 并加水淹没黄原酯棉, 在沸水浴中加热 5 min, 取下并摇动比色管, 以振碎黄原酯棉。冷却至室温, 加 1 ml 0.2% $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液并用水稀释至刻度, 摇匀。分取 5 ml 清液于仪器反应器中, 加 2 ml 20% SnCl_2 溶液, 盖好反应器塞, 记录吸光度的峰值。

2 结果与讨论

2.1 酸度的影响

分取 6 份 50 ml 含 20 ng Hg 的溶液, 用王水调节酸度, 按实验方法经黄原酯棉柱富集后测定。结果表明 (见表 1), 在 pH 2 至 10% 王水介质中, 黄原酯棉可定量吸附 Hg。

表 1 溶液酸度对 Hg 富集的影响

酸度 (王水)	pH 4	pH 2	1 %	5 %	10 %	15 %
吸附率 (%)	97.9	99.3	99.6	99.7	99.2	97.1

2.2 流速的影响

取 5 份 50 ml 含 Hg 20 ng 的 1% 王水

① 蔡述伟 男, 工程师, 目前主要从事原子吸收分析工作。

溶液,以不同的流速通过黄原酯棉柱,发现流速在10 ml/min以下时Hg的回收率在97%以上。选用流速5 ml/min。

2.3 共存元素的影响

试验结果表明:大量的Fe、Cu、Ag、Zn、Co、Cd、Se、Au存在时,对Hg的测定有影响。但在本文条件下黄原酯棉对其中大部分元素不吸附或吸附很少。除Au、Se、Ag外,5 mg上述元素与20 ng Hg共存时,经黄原酯棉分离富集后,不干扰Hg的测定。Au在本文条件下可被黄原酯棉吸附^[2],当存在量高于5 μg时对Hg的测定产生干扰。此外,当有少量Se(10 μg)、Ag(500 μg)存在时也有干扰。不过上述3种元素在样品中一般含量不高。

2.4 工作曲线的绘制

分取含0.0、2.5……30.0 ng Hg标准溶液于100 ml烧杯中,加入1 ml (1+1)王水和适量水,使溶液体积为50 ml,以下操作同实验方法。根据所测得的标准系列吸光度峰值绘制工作曲线。

2.5 样品分析

a. 水样品:分取50~1000 ml水样,用王水调节酸度为1%,以后操作同实验方法。

b. 地质样品:称取0.5000~1.0000 g样品于50 ml带塞比色管中,用少量水润湿,加入8 ml (1+1)王水,在沸水浴中加热1 h,在此期间摇动比色管几次。取下冷却,用水稀释至刻度,摇匀。吸取20~40 ml清液于100 ml烧杯中,用水稀释至50 ml,以

下操作同实验方法。

c. 精密度及准确度:按样品分析手续,对含Hg 40 ng/L的水样和0.044 μg/g的地质样品各作10次平行测定,其相对标准偏差分别为6.2%和4.3%。

水样加标准的回收率及地质标样的分析结果列于表2、表3。

表2 水样加标准回收结果 ng/L

样品号	Hg含量	标准加入量	测得量	回收率(%)
1	11.1	10.0	21.1	97
2	23.1	20.0	42.9	99
3	5.2	5.0	9.9	94
4	15.3	10.0	25.1	98

表3 地质标样分析结果 μg/g

样品	本法测定值	推荐值	样品	本法测定值	推荐值
GSS-1	0.031	0.032	GSD-4	0.044	0.044
GSS-2	0.016	0.015	GSD-7	0.051	0.053
GSS-3	0.063	0.060	GSD-8	0.045	0.042
GSD-1	0.018	0.018	GSD-11	0.068	0.072

3 参考文献

- 1 孙瑞林,沈卓华,罗军.冷原子吸收光谱法测定水中总汞.光谱学与光谱分析.1991,11(3):51.
- 2 冯孝阳,周日尤.黄原酯棉分离硫代米蚰酮吸光度法测定岩矿中的痕量金.理化检验(化).1989,25(5):298.

<收稿日期:1991-08-16,修回日期:1992-07-28>

(英文转第353页)

(上接第349页)

**Determination of Trace Mercury in Water and Geological
Samples by Cold-AAS after Enrichment with
Xanthate Cotton**

Cai Shuwei

(Nanjing Laboratory of Rock and Mineral Research, Ministry of Geology
and Mineral Resources, 210018)

A method for the determination of trace Hg was proposed. Optimal conditions for the enrichment of Hg were investigated. The method is sensitive and rapid and gives satisfactory results.

Key words: mercury, xanthate cotton, enrichment, cold-atomic absorption spectrometry (cold-AAS)