

居住区大气中汞卫生标准检验方法
金汞齐富集—原子吸收法

UDC 614.78:613
.15:546.49

GB 8914—88

Hygienic determination method of mercury in
air of residential areas—Gold amalgamation
—atomic adsorption spectrometric method

1 适用范围

本标准适用于居住区大气中汞质量浓度的测定。

1.1 灵敏度

6×10^{-10} g (1%吸收)。

1.2 检出下限

以1 L/min流量采样, 采样1 h, 最低检出浓度为 $0.01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

1.3 测定范围

按不同浓度范围选择测汞仪量程 I, II。

量程 I 的线性范围为 $0.0006 \sim 0.06 \mu\text{g}$, 适用于 $0.01 \sim 1 \mu\text{g}/\text{m}^3$;

量程 II 的线性范围为 $0.006 \sim 0.6 \mu\text{g}$, 适用于 $0.1 \sim 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

1.4 干扰及排除

1.4.1 苯、丙酮等有机蒸气进入测汞仪吸收池, 也能吸收253.7 nm的紫外线, 可造成正的误差, 但由于使用金膜汞富集管采样, 这些有机蒸气在金膜上毫无滞留, 故可排除这些有机蒸气的干扰。

1.4.2 如富集管被油雾、水汽等所污染, 会发生富集管“中毒”现象, 造成富集不完全和释放不完全。此时可对富集管进行再生。方法是该管插入“解吸”孔, 将解吸时间调到2 min, 进行解吸, 反复进行以使杂质气化去除。

2 原理

汞与金接触生成汞齐, 将空气中微量汞进行富集, 然后在高温下定量释放出原子态的汞, 被载气吹入测汞仪器内, 利用汞蒸气对波长253.7 nm的吸收作用, 进行定量。

3 试剂

3.1 金膜微粒: 称量0.2 g氯金酸 ($\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 溶于50 ml蒸馏水中, 加入5 g石英砂 (50~80目), 搅拌均匀, 在沸水浴上干燥, 然后装在石英管中, 在管状电炉内加热到 800°C 以上灼烧, 同时吹入净化的空气, 使氯金酸分解, 在石英砂表面形成金膜薄层, 放在干燥器中冷却后装瓶备用。

3.2 0.2 mol/L硫酸溶液。

3.3 30%氯化亚锡溶液: 称量30 g氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于25 ml盐酸中, 加水稀释至100 ml。然后向溶液中通入净化空气 (或氮气), 以去除本底汞。

3.4 汞标准溶液: 准确称量1.3537 g二氯化汞, 溶于0.05 mol/L硫酸溶液中, 移入1000 ml容量瓶, 并稀释至刻度。此溶液1 ml含1 mg汞, 临用前稀释成1 ml含 $0.1 \mu\text{g}$ 汞的标准溶液, 或者直接购买标准汞溶液 (安瓿装) 使用。

4 仪器和设备

4.1 金膜微粒汞富集管（简称富集管）：内径5 mm，长17 cm的石英管，中间装有10 mm长的金膜微粒（约0.45 g），两端用石英棉塞紧。该管对汞的饱和吸收量为1 μ g。

4.2 恒流采样泵：流量范围0.2~1.5 L/min。并且流量稳定可调，恒流误差小于2%。

4.3 汞蒸气尾气吸收净化器：含碘活性炭（制备见附录A）管。

4.4 汞富集—解吸器：富集时控范围为0.5 min \pm 2 s；1 min \pm 2 s；2 min \pm 4 s；5 min \pm 6 s；15 min \pm 10 s；30 min \pm 90 s；60 min \pm 3 min；解吸时间为5~60 s连续可调。

4.5 干燥管：无水氯化钙管。

4.6 汞蒸气发生管：50 ml容量。

4.7 测汞仪：冷原子吸光汞蒸气测量仪。

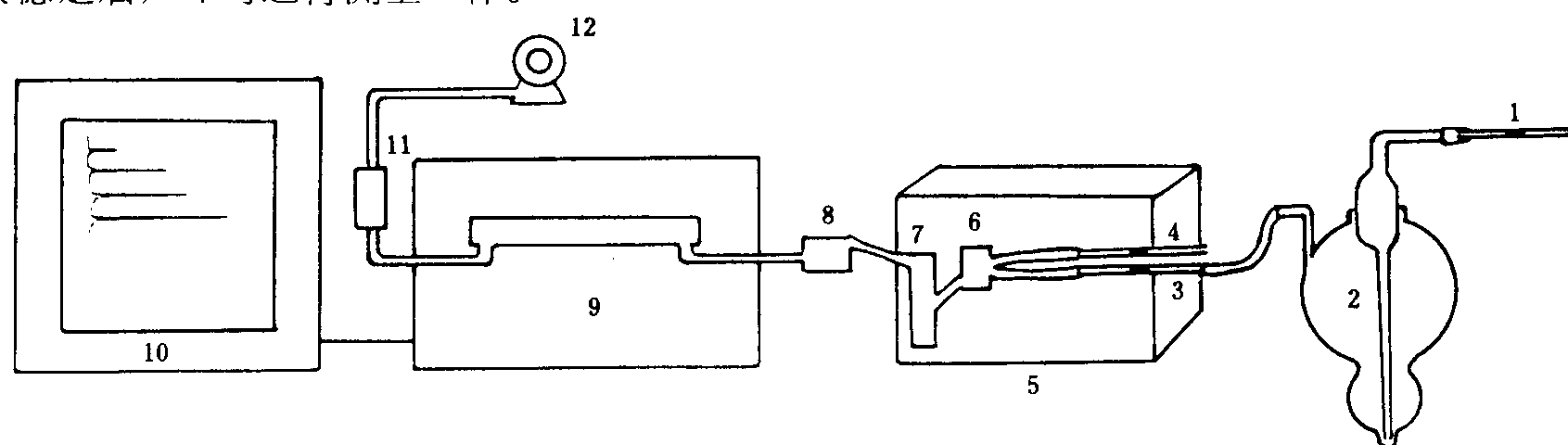
4.8 记录仪：自动平衡记录仪，1 mV或5 mV。

5 采样

将经过驱汞处理的富集管连接在采样器吸气口上，使富集管处垂直位置，进气口朝上，以1 L/min的流量采气60 L。采样前和采样后应用皂膜流量计校准采样系统的流量，误差不大于5%。根据空气中汞的浓度适当增加或减少采气量。驱汞处理的方法是将富集管在解吸器上进行一次解吸释放即可。记录采样点在采样时的温度和大气压力。

6 操作步骤

6.1 按下图连接好仪器气路系统。检查气路不使漏气。调整富集和解吸的流量至0.8 L/min。待仪器运转稳定后，即可进行测量工作。



汞蒸气测定的气路流程

1—空气净化用金膜微粒汞富集管；2—汞蒸气发生瓶；3—富集时的富集管；4—解吸时的富集管；5—汞富集—解吸器；6—电磁气路转换阀；7—流量计；8—干燥管；9—测汞仪；10—记录仪；11—汞蒸气吸收净化器；12—抽气泵

6.2 标准曲线的制备

6.2.1 取6支试管，按下表制备标准系列：

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, ml	0	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00
0.2 mol/L 硫酸, ml	5.00	4.90	4.70	4.50	4.30	4.00
汞含量, μ g	0	0.01	0.03	0.05	0.07	0.10

依次将各管标准溶液加入汞蒸气发生瓶，汞蒸气发生瓶与富集管连接，富集管插入汞富集—解吸器的“富集”孔内，富集解吸器的流路开关拨到“富集”档，富集时间调至2 min。在汞蒸气发生管内加入0.3 ml 30%氯化亚锡溶液，立即按动“启动”开关，仪器即自动进行富集，2 min后自动停止。

6.2.2 取下汞富集管，将其插入“解吸”孔内，富集—解吸器的流路开关拨到“解吸”档。解吸时间调到25 s（根据气温等因素在20~30 s之间调整）。按动“启动”开关，仪器即自动进行解吸，可在记录仪上得到一个峰值，以峰高对汞含量（ μg ）绘制标准曲线。

6.3 样品测定

把已经采好样的富集管插入汞富集—解吸器的“解吸”孔，富集—解吸器的流路开关拨到“解吸”档。以下按标准曲线制备中6.2.2操作测得样品富集管中汞含量（ μg ）。经过解吸后的富集管，全部汞都被驱出，故冷却后又可作第二次采样。为防止污染，富集管在保存时，两端密封。富集管反复使用后，金膜微粒在石英管中会发生松动，将影响对汞的富集效果，使用时注意塞紧。

7 结果计算

7.1 将采样体积按公式（1）换算成标准状态下的采样体积。

$$V_0 = V \frac{T_0}{273 + t} \cdot \frac{p}{p_0} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中： V_0 ——标准状态下的采样体积，L；
 V ——采样体积，L；
 T_0 ——标准状态的绝对温度，273 K；
 t ——采样时采样点的温度， $^{\circ}\text{C}$ ；
 p_0 ——标准状态的大气压力，101 kPa（或760 mm Hg）；
 p ——采样时采样点的大气压力，kPa（或mm Hg）。

7.2 空气中汞质量浓度按公式（2）计算：

$$C = \frac{a \times 1000}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

- 式中： C ——汞浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；
 a ——富集管中测得的汞含量， μg 。

8 精密度

以一支汞富集管对同一样品（样品含量为35 ng Hg）测定6次，相对标准差不大于1%。
 以6支不同汞富集管对同一样品测定，相对标准差不大于5%。