

# HVG-ICP-AES 测定地表水中的痕量汞

## ICP-051

**摘要:** 采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 配合氢化物发生器附件, 测定了地表水中的汞元素的含量, 实验结果表明, 仪器在 0 ~ 1 μg/L 浓度范围内有良好的线性关系, 线性相关系数  $r=0.9985$ , 仪器检出限 0.06 μg/L, 加标量为 0.1 μg/L 时, 回收率为 87%, 加标量为 0.5 μg/L 时, 回收率为 94.8%, 该方法可以满足 GB 3838-2002 地表水环境质量标准 IV、V 类水中汞 ≤ 0.001 mg/L 的测定要求。

**关键词:** HVG ICP-AES 地表水 汞

汞是环境中一种生物毒性极强的重金属污染物, 它进入生物体后很难被排出, 严重威胁人类健康。在过去的十几年间, 世界范围内环境中汞的浓度持续上升, 已经引起各国政府和环保组织的极大关注。据估算, 全球人为汞排放的 45% 来自燃煤, 火电行业已经成为汞污染控制的重点。同时, 伴随着工业的发展, 汞的用途越来越广, 生产量急剧增加, 从而使大量的汞随着人类活

动而进入环境。主要包括: 施用含汞农药和含汞污泥肥料; 汞矿的开采、冶炼; 含汞废水灌溉; 城市垃圾、废物焚烧等等。人类活动造成水体汞污染, 主要来自氯碱、塑料、电池、电子等工业排放的废水。汞被联合国环境规划署列为全球性污染物, 是除了温室气体外唯一一种对全球范围产生影响的化学物质。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

岛津 HVG-1 氢化物发生器

岛津 MP-100 蠕动泵

#### 1.2 实验器皿及试剂

重铬酸钾 ( $K_2Cr_2O_7$ ): 优级纯

浓硫酸:  $\rho(H_2SO_4)=1.84$  g/mL, 优级纯

浓盐酸:  $\rho(HCl)=1.19$  g/mL, 优级纯

浓硝酸:  $\rho(HNO_3)=1.42$  g/mL, 优级纯

硝酸溶液: 1+1

高锰酸钾溶液: 50 g/L

过硫酸钾: 50 g/L

盐酸羧胺溶液: 200 g/L

硼氢化钠 (优级纯): 称 1.0 g 硼氢化钠, 1.25 g

氢氧化钠于 100 mL 烧杯中, 用水溶解后转移至 250 mL 容量瓶中。

氢氧化钠 (优级纯)

#### 1.3 样品的前处理

样品采集后, 每升水中加入 10 mL 浓盐酸和 0.5 g 重铬酸钾, 若橙色消失, 应当适当补加重铬酸钾, 水样呈持久的淡橙色, 密塞, 摇匀。

取 200 mL 样品移入 500 mL 锥形瓶中。依次加入 5 mL 浓硫酸, 5 mL 硝酸和 4 mL 高锰酸钾溶液, 摇匀。然后加入 4 mL 过硫酸钾溶液。插入漏斗, 置于沸水浴中在近沸状态保温 1 h, 取下冷却, 边摇边滴加盐酸羧胺, 直至使过剩的高锰酸钾全部褪色为止, 将消解液转移至 250 mL 容量瓶中, 加入 40 mL 浓盐酸, 用纯水定容至刻度。

### 结果与讨论

#### 2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频功率 (kW)	曝光时间 (s)
轴向	同心	标准	旋流	14	1.2	0.7	1.2	60

## 2.2 附件参数

盐酸吸样管空置并堵住 泵速：15 蠕动泵转速：10

## 2.3 标准曲线的制作

每 100 mL 标液中加入 20 mL 的浓盐酸，各标准点浓度如下表 2 所示

表 2 仪器工作条件

元素	标准曲线浓度(μg/L)			
Hg	0	0.2	0.5	1.0

标准曲线如下

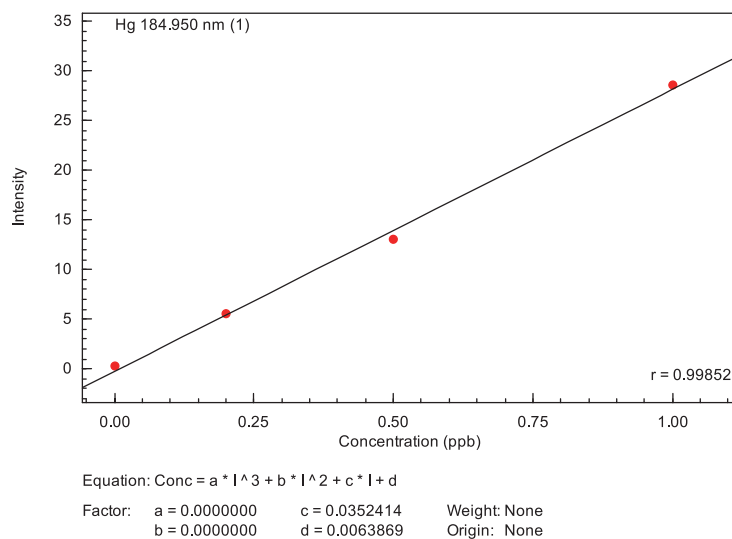


图1 汞的标准曲线图

## 2.4 谱线轮廓图

汞元素的轮廓图如下：

Hg 184.950

Cond 1

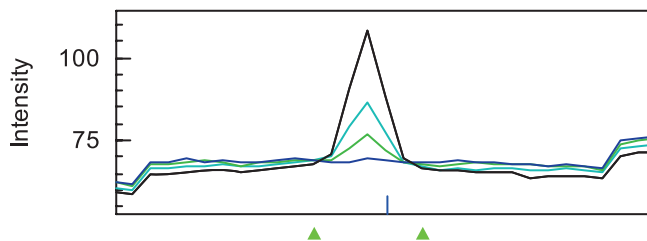


图 2 标准曲线轮廓图

## 2.5 方法检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定，以 3 倍空白溶液浓度的标准偏差算得仪器检出限为 0.06 μg/L。

## 2.6 样品测定结果及加标回收率

样品测定结果及加标回收率结果见表 3。

表3 样品测定结果及加标回收率

测定项目	样品浓度( $\mu\text{g/L}$ )	加标 0.1 $\mu\text{g/L}$	加标 0.5 $\mu\text{g/L}$
测定结果( $\mu\text{g/L}$ )	N.D	0.087	0.474
回收率(%)		87	94.8
RSD%	11.53	12.17	2.75

## ■ 结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 配合氢化物发生器测定了地表水中的汞含量, 实验结果表明, 在 0 ~ 1  $\mu\text{g/L}$  的浓度范围内有良好的线性关系, 线性相关系数为  $r=0.9985$ , 仪器检出限为 0.06  $\mu\text{g/L}$ , 加标量为 0.1  $\mu\text{g/L}$  时, 回收率为 87%, 加标量为 0.5  $\mu\text{g/L}$  时, 回收率为 94.8%, 该方法灵敏度高, 可以满足 GB 3838-2002 地表水环境质量标准 IV、V 类水中汞  $\leq 0.001 \text{ mg/L}$  的测定要求。