

尿中汞的酸性氯化亚锡还原—冷原子吸收光谱法

WS / T 26-1996

1 **原理** 用硫酸和高锰酸钾于50℃条件下消化尿样，使结合态汞转变为汞离子。用氯化亚锡将汞离子还原成元素态汞后，在253.7nm波长下，用测汞仪测定汞浓度。

2 仪器

- 2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，500ml。
- 2.2 尿比重计。
- 2.3 具塞试管，10ml。
- 2.4 汞蒸气发生瓶或大型气泡吸收管。
- 2.5 测汞仪。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

- 3.1 高锰酸钾溶液，50g/LL。
- 3.2 硫酸。
- 3.3 盐酸羟胺溶液，200g / L。
- 3.4 酸性氯化亚锡溶液，200g / L：临用前以1% (V / V) 硫酸溶液配制。
- 3.5 汞保存液：称取0.1g重铬酸钾溶于1L 5% (V / V) 硝酸溶液中。

3.6 汞标准溶液：称取0.1354g经干燥器干燥过的重结晶氯化汞(HgCl₂)，溶于少量汞保存液，定量转移至100ml容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液1.0mg / ml汞标准贮备液。再用汞保存液稀释成0.2 μ g/ml汞标准溶液。置于冰箱内可保存1个月。

4 **样品的采集、运输和保存** 用具盖聚乙烯塑料瓶收集一次尿样，尽快测量比重。置于冰瓶内运输，置于4℃冰箱内可保存1周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：尿样振摇均匀后，取2.5ml于汞蒸气发生瓶或大型气泡吸收管中；同时取2.5ml水作空白管，供测定。

5.2 标准曲线的绘制：取4只汞蒸气发生瓶或大型气泡吸收管，分别加入0、0.25、0.75、1.25ml标准溶液，各加水至2.5ml，配制成0、0.05、0.15、0.25 μ g汞标准系列。向各管中分别加入2ml高锰酸钾溶液和1ml硫酸，放置5min，混匀。于45℃~50℃水浴或恒温箱中保温2h，取出。在振摇下滴加盐酸羟胺溶液至褪色，敞口放置20min。按说明书调整好测汞仪。将各管依次连至测汞仪上，并检查测汞仪电源及其与汞蒸气发生瓶或大型气泡吸收管衔接部位是否漏气。用滴管迅速加入1ml酸性氯化亚锡溶液，立即连通抽气气路，读取最大吸光度。待指针回零后，再进行下一管样品测定。以各管中汞含量(μ g)与测得的吸光度值减去空白值绘制标准曲线。

5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液。从所测得的吸光度中减去空白管的吸光度，由标准曲线得样品管中汞的含量(μ g)。如遇尿样中汞含量较高，吸光度超出线性范围时，可另取一份尿样，在过剩的高锰酸钾被还原后，用水稀释至10ml，取出一部分进行测定，最后计入稀释倍数。

6 **计算** 按式(1)计算尿样中汞的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times k \quad (1)$$

式中：C——尿中汞的浓度，mg / L；m——测得样品管中汞的含量，μ

g; V——分析时所取尿样体积, ml; k——尿样换算成标准比重下的浓度校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 $0.8 \mu\text{g/L}$ (按取2.5ml尿样计);测定范围为 $0.8 \sim 120 \mu\text{g/L}$;相对标准偏差为 $2.7\% \sim 5.1\%$ (尿汞浓度 $20 \sim 180 \mu\text{g/L}$, $n=6$);加标回收率 $90.7\% \sim 104.0\%$ (尿本底浓度 $5.0 \sim 15.2 \mu\text{g/L}$, 加标量 $40.0 \sim 120.0 \mu\text{g/L}$, $n=6$)。

7.2 本法具有灵敏度高, 样品用量少, 节省试剂及设备简单等优点。

7.3 尿样不加保存剂, 于 4°C 冰箱中可保存1周。加 $1\% (V/V)$ 硫酸溶液于 4°C 保存, 第3天汞就损失 10% 以上。尿样中加 4% 氢氧化钠溶液, 置于 4°C 冰箱或室温下可保存两周。

7.4 样品处理时, 要先加高锰酸钾, 后加硫酸。因为尿加硫酸后会发热, 可能导致汞的挥发损失。但有高锰酸钾存在时, 溶液即使加热到 100°C , 汞也不会挥发损失。在酸性高锰酸钾条件下, 尿样在 $45^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ 保温2h, 可使结合态汞全部解离出来。低于 45°C 或少于2h解离不完全, 导致结果偏低。含糖尿样, 在消化时迅速耗尽高锰酸钾, 须及时补加以维持氧化状态, 或取少量尿样测定。消化后的尿样中和管路的内壁上不得有残存的氧化物, 否则影响汞离子的还原。

7.5 苯、酮等有机溶剂对 253.7nm 波长有吸收, 干扰测定。因此, 分析室内空气必须无干扰测定的有机性蒸气。为使测汞仪的气路处于还原状态, 可于反应瓶内加入2ml酸性氯化亚锡溶液和适量水, 抽气5min, 净化气路系统。

7.6 本法由广东省职业病防治院刘其中和黄春英等同志研制。