



中华人民共和国国家标准

GB 7469—87

水质 总汞的测定 高锰酸钾-过硫酸钾消解法 双硫腙分光光度法

Water quality—Determination of total mercury—
Potassium permanganate-potassium persulfate decomposed
method—Dithizone spectrophotometric method

1987-03-14 发布

1987-08-01 实施

国家环境保护局 发布

水质 总汞的测定
高锰酸钾-过硫酸钾消解法
双硫腙分光光度法

UDC 614.777:543
.422:546.49

GB 7469—87

Water quality—Determination of total mercury—
potassium permanganate-potassium persulfate decomposed
method—Dithizone spectrophotometric method

本标准适用于生活污水、工业废水和受汞污染的地面水。

用双硫腙分光光度法测定汞含量，在酸性条件下，干扰物主要是铜离子。在双硫腙（二苯硫代偕肼腙）洗脱液中加入1%（*m/v*）EDTA二钠（乙二胺四乙酸二钠），至少可掩蔽300μg铜离子的干扰。

本方法的摩尔吸光系数 $\epsilon = 7.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

取250ml水样测定，汞的最低检出浓度为2μg/L，测定上限为40μg/L。

1 定义

总汞：未过滤的水样，经剧烈消解后测得的汞浓度，它包括无机的、有机结合的、可溶的和悬浮的全部汞。

2 原理

在95℃用高锰酸钾和过硫酸钾将试样消解，把所含汞全部转化为二价汞。

用盐酸羟胺将过剩的氧化剂还原，在酸性条件下，汞离子与双硫腙生成橙色螯合物，用有机溶剂萃取，再用碱溶液洗去过剩的双硫腙。

3 试剂

除另有说明外，分析中仅使用水（3.1）及公认的分析纯试剂，其中含汞量要尽可能少*。

3.1 去离子水：电阻率在500,000Ω·cm（25℃）以上。

3.2 无水乙醇（C₂H₅OH）：优级纯。

3.3 氯仿（CHCl₃）：重蒸馏并于每100ml中加入1ml无水乙醇（3.2）作保存剂。

3.4 硫酸（H₂SO₄）： $\rho_{20} = 1.84\text{g/ml}$ ，优级纯。

3.5 硝酸（HNO₃）： $\rho_{20} = 1.4\text{g/ml}$ ，优级纯。

3.6 硝酸：约0.8mol/L溶液。

将50ml硝酸（3.5）用水稀释至1000ml。

3.7 高锰酸钾：50g/L溶液。

将50g高锰酸钾（KMnO₄，优级纯，必要时重结晶精制）溶于水并稀释至1000ml。

注：制备操作要小心，避免未溶解颗粒沉淀或悬浮于溶液中（必要时可加热助溶）。

* 如采用的试剂导致空白试验值偏高，应改用级别更高的或经过提纯精制的试剂。