

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 910-2017

环境空气 气态汞的测定 金膜富集/冷原子吸收分光光度法

**Ambient air — Determination of gaseous mercury — Gold
amalgamation collection and analysis by cold vapor atomic absorption
spectrophotometry**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-12-29 发布

2018-04-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	6
8 分析步骤.....	7
9 结果计算与表示.....	8
10 精密度和准确度.....	9
11 质量保证和质量控制.....	9
12 废物处理.....	11
13 注意事项.....	11
附录 A（规范性附录） 富集管的制备及示意图.....	12
附录 B（资料性附录） 碘活性炭的制备.....	13

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范环境空气中气态汞的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定环境空气中气态汞的金膜富集/冷原子吸收分光光度法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准验证单位：上海市嘉定区环境监测站、上海市松江区环境监测站、北京市东城区环境保护监测站、北京市康居环境监测站、北京市昌平区环境保护监测站和北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部2017年12月29日批准。

本标准自2018年4月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境空气 气态汞的测定 金膜富集/冷原子吸收

分光光度法

警告：实验中使用的汞及其化合物有毒，所有样品的预处理应在通风橱内进行，操作时应按规定佩戴防护器具，避免吸入呼吸道和接触皮肤、衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气中气态汞的金膜富集/冷原子吸收分光光度法。

本标准适用于环境空气中气态汞的测定。

当采样体积为 60 L (60 min, 标准状态) 时, 方法检出限为 2 ng/m³, 测定下限为 8 ng/m³; 当采样体积为 1440 L (24 h, 标准状态) 时, 方法检出限为 0.1 ng/m³, 测定下限为 0.4 ng/m³。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件, 其有效版本适用于本标准。

HJ 194 环境空气质量手工监测技术规范

3 方法原理

以金膜微粒汞富集管采集环境空气中的气态汞, 汞在金膜表面生成金汞齐。将采样后的富集管在 600 °C 以上加热解析, 汞被定量释放出来, 随载气进入测汞仪内经过再次富集和解析, 在 253.7 nm 下, 利用冷原子吸收分光光度法测定。

4 干扰和消除

酸碱性和水蒸气直接进入冷原子吸收池内会影响汞的测定结果。在冷原子吸收通气管路中串联一支装有缓冲液的气体洗涤缓冲瓶和一支除水缓冲瓶 (空瓶), 可有效消除干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新制备的电阻率大于等于 18 MΩ·cm 的去离子水。

- 5.1 无水氯化钙 (CaCl_2): 优级纯。
- 5.2 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$): 优级纯。
- 5.3 氯化汞 (HgCl_2): 优级纯。
使用前于 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h, 置于硅胶干燥器中, 备用。
- 5.4 氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$): 优级纯。
- 5.5 氢氧化钠 (NaOH): 优级纯。
- 5.6 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4): 优级纯。
使用前于 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h, 置于硅胶干燥器中, 备用。
- 5.7 磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4): 优级纯。
使用前于 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h, 置于硅胶干燥器中, 备用。
- 5.8 盐酸 (HCl): $\rho=1.19\text{ g/ml}$, 优级纯。
- 5.9 硫酸 (H_2SO_4): $\rho=1.84\text{ g/ml}$, 优级纯。
- 5.10 硝酸 (HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/ml}$, 优级纯。
- 5.11 氯化亚锡溶液: $\rho(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.25\text{ g/ml}$ 。

称取 25.0 g 氯化亚锡 (5.4) 于 150 ml 干烧杯中, 加 25 ml 盐酸 (5.8), 加热至全部溶解后, 用实验用水稀释至 100 ml。用吹气装置 (6.6) 以 1.0 L/min 流量通入氮气 (5.22) 15 min 以上, 以除去汞。临用现配。

- 5.12 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=0.30\text{ g/ml}$ 。

称取 30.0 g 氢氧化钠 (5.5) 于 150 ml 干烧杯中, 用少量实验用水溶解后稀释至 100 ml。保存于聚乙烯瓶中。

- 5.13 磷酸盐缓冲溶液: $\text{pH}\approx 6.8$ 。

分别准确称取 3.4 g 磷酸二氢钾 (5.6) 和 3.5 g 磷酸氢二钠 (5.7), 在 250 ml 烧杯中用实验用水溶解, 转移至 1000 ml 容量瓶中定容。也可使用市售磷酸盐缓冲溶液。

- 5.14 缓冲液。

用磷酸盐缓冲溶液 (5.13) 与实验用水按 1:1 的体积比配制。

- 5.15 硫酸溶液: 1+49。

用硫酸 (5.9) 与实验用水按 1:49 的体积比配制。

- 5.16 固定液: $\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.5\text{ g/L}$ 。

称取 0.5 g 重铬酸钾 (5.2) 溶于 950 ml 实验用水中, 再加入 50 ml 硝酸 (5.10), 于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷藏可保存 3 个月。

- 5.17 汞标准贮备液: $\rho(\text{Hg})=100\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

称取 0.1354 g 氯化汞 (5.3), 溶解于少量固定液 (5.16) 后, 移入 1000 ml 容量瓶中, 再用固定液 (5.16) 稀释至标线。于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷藏可保存 1 年。也可使用市售标准溶液。

- 5.18 汞标准中间液 I: $\rho(\text{Hg})=10.0\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

移取 10.0 ml 汞标准贮备液 (5.17) 于 100 ml 容量瓶中, 用固定液 (5.16) 稀释至标线。于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 以下冷藏可保存 6 个月。

- 5.19 汞标准中间液 II: $\rho(\text{Hg})=1.00\text{ }\mu\text{g/ml}$ 。

移取 1.00 ml 汞标准贮备液 (5.17) 于 100 ml 容量瓶中, 用固定液 (5.16) 稀释至标线。

于 4 °C 以下冷藏可保存 3 个月。

5.20 汞标准使用液 I： ρ (Hg) = 0.10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

移取 1.00 ml 汞标准中间液 I (5.18) 于 100 ml 容量瓶中，用硫酸溶液 (5.15) 稀释至标线。临用现配。

5.21 汞标准使用液 II： ρ (Hg) = 0.01 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

移取 1.00 ml 汞标准中间液 II (5.19) 于 100 ml 容量瓶中，用硫酸溶液 (5.15) 稀释至标线。临用现配。

5.22 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6 仪器和设备

6.1 富集管

内含可富集汞的金膜微粒。富集管的制备方法及示意图见附录 A。该管对汞的饱和吸收量为 1 μg 。也可直接购买市售金膜微粒汞富集管。

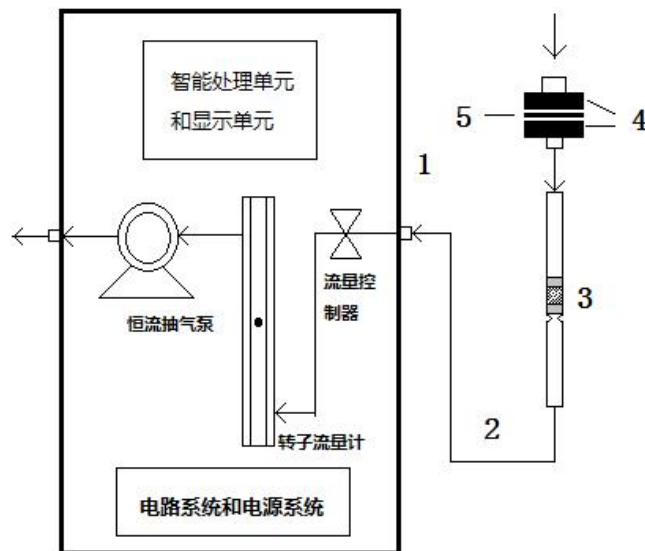
注 1：由于不同仪器使用的热解析器规格不同，因此制备或购买的富集管规格应与仪器配套。

注 2：采样前将富集管在马弗炉 (6.5) 内 750 °C 加热 3 h，富集管空白值应低于检出限 (约 0.15 ng)。

冷却后，富集管两端用聚乙烯或聚四氟乙烯塞塞紧，置于聚乙烯自封袋或专用具塞玻璃管中保存，1 个月内使用。

6.2 气态汞采样系统

6.2.1 由空气采样器 (6.2.2)、采样系统连接管 (6.2.3)、富集管 (6.1)、膜托 (6.2.4) 和石英纤维滤膜 (6.2.5) 组成，示意图见图 1。



1-空气采样器；2-采样系统连接管；3-富集管；4-膜托；5-石英纤维滤膜。

图 1 气态汞采样系统组成示意图

6.2.2 空气采样器：应具备自动累计采样体积的功能，流量范围 0.1~1.5 L/min，流量控制

误差为±2.5%，采样前应进行流量校准。

6.2.3 采样系统连接管：聚乙烯或聚四氟乙烯管，与采样系统各接口或连接端配套。

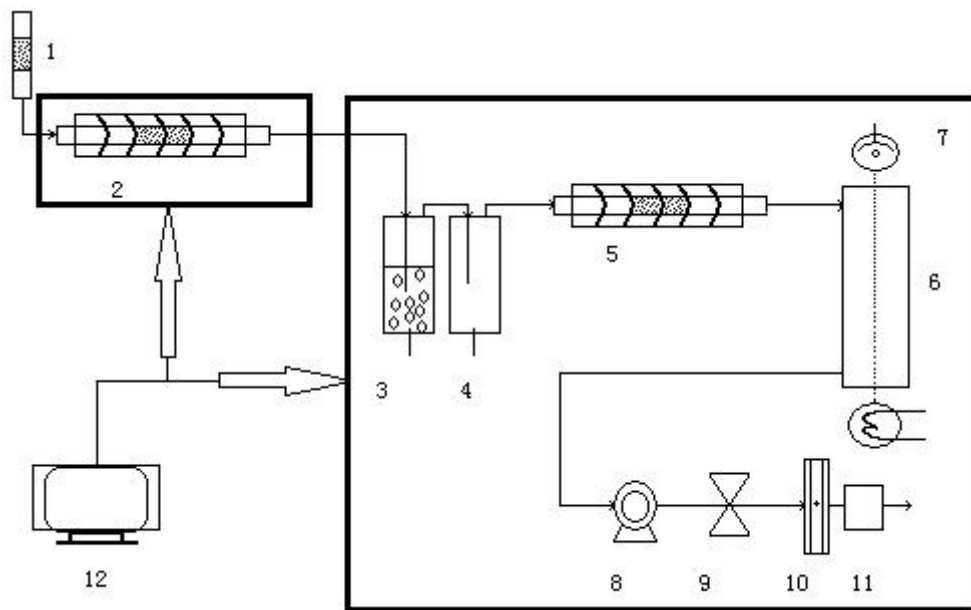
6.2.4 膜托：聚乙烯或聚四氟乙烯材质，直径 25 mm，与石英纤维滤膜（6.2.5）配套使用。

6.2.5 石英纤维滤膜：孔径 0.45 μm，直径 25 mm。用于采样时滤除空气中的颗粒物。

注：石英纤维滤膜使用前须先在马弗炉（6.5）内 500 °C 加热 1 h 以去除其中的汞，处理好的石英纤维滤膜用锡纸包好后置于硅胶干燥器中保存，1 个月内使用。

6.3 热解析-冷原子吸收测汞系统

6.3.1 由空气净化管（6.3.2）、热解析器（6.3.3）和冷原子吸收测汞仪（6.3.4）组成，示意图见图 2。具有对热解析器温度进行调节和控制的功能，温度控制误差为±1 °C；具有常量（0~1000 ng）和微量（0~20 ng）两种测试模式。



1-空气净化管；2-热解析器；3-气体洗涤缓冲瓶；4-除水缓冲瓶；
5-内置富集热解析器；6-冷原子吸收池；7-汞检测器；8-抽气泵；
9-流量控制器；10-流量计；11-汞尾气过滤器；12-工作站。

图 2 热解析-冷原子吸收测汞系统

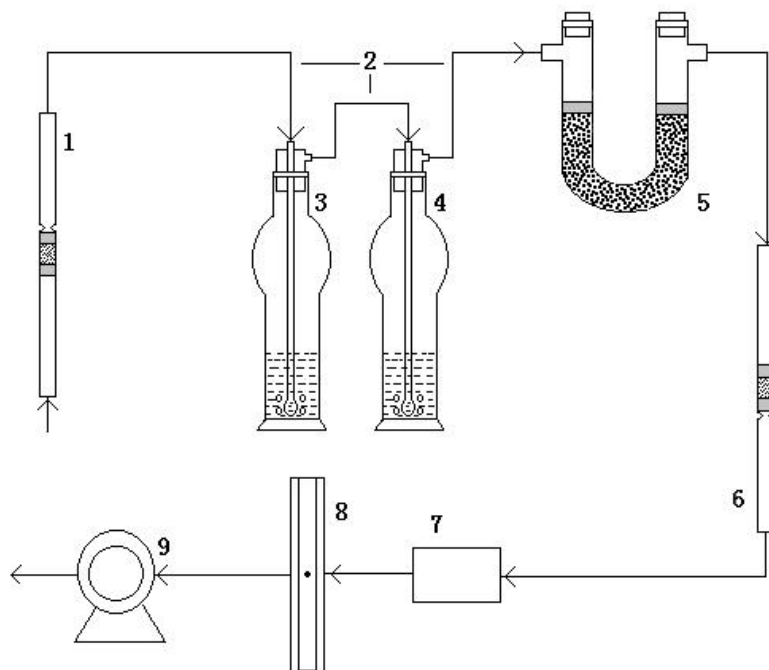
6.3.2 空气净化管：为空白的富集管（6.1），用于热解析-冷原子吸收测汞系统管路入口空气的净化。

6.3.3 热解析器：可加热至 600 °C 以上，工作曲线制作时装入制备的标准富集管，空白样品和样品测定时分别装入空白富集管和样品富集管。

6.3.4 冷原子吸收测汞仪：由含 20 mm 高缓冲液（5.14）的气体洗涤缓冲瓶、除水缓冲瓶（空瓶）、含一根空白富集管（6.1）的内置富集热解析器、冷原子吸收池、汞检测器、抽气泵、流量控制器、流量计、汞尾气过滤器和工作站组成。

6.4 汞发生富集系统

6.4.1 由空气净化管（6.4.2）、富集系统连接管（6.4.3）、汞蒸气发生瓶（6.4.4）、酸气吸收瓶（6.4.5）、U型干燥管（6.4.6）、富集管（6.1）、汞尾气过滤器（6.4.7）、可调流量计（6.4.8）和抽气泵（6.4.9）组成。示意图见图3。



1-空气净化管；2-富集系统连接管；3-汞蒸气发生瓶；4-酸气吸收瓶；
5-U型干燥管；6-富集管；7-汞尾气过滤器；8-可调流量计；9-抽气泵。

图3 汞发生富集系统

- 6.4.2 空气净化管：为空白的富集管（6.1），用于汞发生富集系统管路入口空气的净化。
- 6.4.3 富集系统连接管：聚乙烯或聚四氟乙烯管，与富集系统接口或连接端配套。
- 6.4.4 汞蒸气发生瓶：25 ml 玻璃翻泡瓶，带莲蓬形多孔吹气头的磨口瓶塞。或其他与富集系统相匹配的反应装置。
- 6.4.5 酸气吸收瓶：25 ml 玻璃翻泡瓶，带莲蓬形多孔吹气头的磨口瓶塞。内装 10 ml 氢氧化钠溶液（5.12），用于汞发生富集系统中酸气的吸收。
- 6.4.6 U型干燥管：管外径为 1.3 cm、支管外径为 0.5 cm、高度为 10 cm 的 U 型具塞玻璃管，内装无水氯化钙（5.1），填料两端用石英棉塞紧。也可直接购买市售无水氯化钙干燥管。
- 6.4.7 汞尾气过滤器：含碘活性炭管，直接购买市售或用自行制备的碘活性炭填管。碘活性炭制备参见附录 B。
- 6.4.8 可调流量计：流量范围 0.1~1.0 L/min，流量控制误差为±2.5%。
- 6.4.9 抽气泵：隔膜泵，负载流量≥1.0 L/min，流量使用范围 0.1~1.0 L/min。

- 6.5 马弗炉：可加热至 800 °C 以上。
- 6.6 吹气装置：由转子流量计、减压阀、压力表、恒流量阀、管道和接头组成的小流量控制器，流量范围 0.1~1.0 L/min 可调，流量控制误差为±2.5%。
- 6.7 玻璃器皿：使用符合国家标准的 A 级玻璃器皿。
- 6.8 一般实验室常用仪器设备。

7 样品

7.1 采样系统气密性检查

将一根与采样所用同规格的富集管（6.1）连接到气态汞采样系统（6.2）中，打开采样器，堵住进气端，若采样器流量归零，则表明气密性良好。

7.2 样品的采集

参照 HJ 194 中气态污染物采样的有关要求进行检查。取下采样系统气密性检查（7.1）中使用的富集管，将另一根富集管（6.1）连接到气态汞采样系统（6.2）中，使富集管处于垂直位置，进气口朝上，以 1.0 L/min 的流量采样 60 min 或 24 h，并保持流量恒定。记录采样点位、时间、环境条件、采样开始流量、采样结束流量和采样管编号等信息。

注：在采样器组装及富集管取出的过程中，采样人员须戴无粉手套并位于样品的下风处，以避免由衣物及呼吸所带来的污染。操作时避免手指沾污富集管管端。

7.3 样品的保存

采样结束后，取下样品富集管，用聚乙烯或聚四氟乙烯塞子塞紧样品富集管的两端，置于聚乙烯自封袋或专用具塞玻璃管中保存，运输到实验室，1 个月内测定。

7.4 全程序空白样品

将与样品采集同批次的一根富集管（6.1）带到采样现场，按样品的采集（7.2）相同步骤连接到采样系统后，立即取下，按样品的保存（7.3）相同步骤对全程序空白样品进行密封、运输和保存，待上机测定。

7.5 试剂空白样品

按 8.2.1 标准系列的配制步骤制备空白溶液，并将溶液移入汞蒸气发生瓶，取与样品采集同批次的一根富集管（6.1），参照 8.2.2 标准富集管的制备步骤制备试剂空白样品富集管，富集管两端用聚乙烯或聚四氟乙烯塞塞紧，装入聚乙烯自封袋或专用具塞玻璃管中保存，待上机测定。

8 分析步骤

8.1 热解析-冷原子吸收测汞系统参考条件

测定波长，253.7 nm；测试模式，根据环境空气中汞的浓度范围，对应选取常量或微量测试模式；热解析器解析温度，600 °C以上，解析时间，2 min，转移时间，40 s；内置富集热解析器富集预热温度，160 °C，解析温度，600 °C以上，解析时间，1 min（微量）或 2 min（常量）；抽气流量，0.5 L/min。

实际测试时，应参照仪器说明，设定最佳解析和测定条件。

8.2 工作曲线

8.2.1 标准系列的配制

8.2.1.1 高浓度工作标准系列的配制

常量测试时，取 6 支 25 ml 汞蒸气发生瓶，按表 1 配制高浓度工作标准系列。可根据实际样品中汞浓度情况调整工作标准系列的浓度范围。

表 1 高浓度汞标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5
汞标准使用液 I (5.20) /ml	0	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
硫酸溶液 (5.15) /ml	5.00	4.95	4.90	4.50	4.00	3.00
汞含量/ng	0	5.00	10.0	50.0	100	200

8.2.1.2 低浓度工作标准系列的配制

微量测试时，取 6 支 25 ml 汞蒸气发生瓶，按表 2 配制低浓度工作标准系列。

表 2 低浓度汞标准系列

瓶号	0	1	2	3	4	5
汞标准使用液 II (5.21) /ml	0	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
硫酸溶液 (5.15) /ml	5.00	4.95	4.90	4.50	4.00	3.00
汞含量/ng	0	0.50	1.00	5.00	10.0	20.0

8.2.2 标准富集管的制备

8.2.2.1 富集系统检漏

将一支汞蒸气发生瓶(6.4.4)，一根空石英管(代替富集管)串接在汞发生富集系统(6.4)

中，开启并调整富集流量至 0.8 L/min，堵住进气端，若流量归零，则表明气密性良好。

8.2.2.2 富集系统除汞

取下带有吹气头的汞蒸气发生瓶瓶塞，沿管壁往瓶内加入 5 ml 硫酸溶液(5.15)和 0.5 ml 氯化亚锡溶液（5.11），然后立即盖上瓶塞，抽气 5 min 以去除系统中可能存在的汞。

8.2.2.3 富集

依次将 8.2.1 中不同浓度汞的标准系列汞蒸气发生瓶和富集管（6.1）串接到汞发生富集系统（6.4）中，开启并调整富集流量至 0.8 L/min，取下带有吹气头的汞蒸气发生瓶瓶塞，沿管壁往瓶内迅速加入 0.5 ml 氯化亚锡溶液（5.11），然后立即盖上瓶塞，富集 3 min。依次取下制备好的标准富集管，富集管两端用聚乙烯或聚四氟乙烯塞塞紧，装入聚乙烯自封袋或专用具塞玻璃管中保存，待上机测定。

8.2.3 标准富集管的测定

将 8.2.2.3 制备好的标准富集管依次安装到热解析-冷原子吸收测汞系统（6.3）中并连接好管路。按照设定的最佳仪器条件，运行热解析程序，使汞蒸气进入到冷原子吸收池内进行测试，记录仪器的响应值（低浓度标准系列记录峰高，高浓度标准系列记录峰面积）。

8.2.4 工作曲线的建立

以各标准系列中汞的含量（ng）为横坐标，以其对应的响应值为纵坐标，建立工作曲线。

8.3 样品测定

8.3.1 样品富集管的测定

将采样后的富集管连接到热解析-冷原子吸收测汞系统（6.3）中，按照与标准富集管的测定（8.2.3）相同仪器条件和操作步骤进行样品的测定。

8.3.2 空白富集管的测定

分别将与样品采集同批制备的试剂空白样品富集管和全程序空白样品富集管连接到热解析-冷原子吸收测汞系统（6.3）中，按照与样品富集管的测定（8.3.1）相同仪器条件和操作步骤，进行试剂空白样品和全程序空白样品的测定。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

环境空气中气态汞的质量浓度按公式（1）计算：

$$\rho(\text{Hg}) = \frac{W \times 1000}{V_n} \quad (1)$$

式中： $\rho(\text{Hg})$ —— 环境空气中气态汞的浓度，ng/m³；

W ——样品富集管中测得的汞含量，ng；

V_n ——标准状态（273.15 K，101.325 kPa）下的采样体积，L。

9.2 结果表示

当采样体积为 60 L（60 min，标准状态），测定结果小于 100 ng/m³ 时，保留至整数位；测定结果大于等于 100 ng/m³ 时，保留 3 位有效数字。

当采样体积为 1440 L（24 h，标准状态），测定结果小于 10.0 ng/m³ 时，保留小数点后 1 位；测定结果大于等于 10.0 ng/m³ 时，保留 3 位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6 家实验室分别对制备的汞含量为 10.0 ng、50.0 ng 和 90.0 ng 三个浓度水平的标准富集管（每个浓度水平各 6 根）进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 0.93%~6.8%，1.1%~3.1%和 0.47%~2.4%，实验室间相对标准偏差分别为 6.7%、2.8%和 1.4%，重复性限分别为 1.2 ng、2.7 ng 和 3.6 ng，再现性限分别为 2.2 ng、4.7 ng 和 4.9 ng。

实验室内对制备的汞含量为 0.5 ng 和 1.0 ng 的两个浓度水平标准富集管（每个浓度水平各 6 根）进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为 7.9%和 7.8%。

实验室内对实际采集（24 h）的两个浓度水平的环境空气样品富集管进行测定（每个浓度水平各平行采集 6 根），得到气态汞平均含量分别为 1.6 ng/m³ 和 12.4 ng/m³，实验室内相对标准偏差分别为 11%和 9.5%。

10.2 准确度

6 家实验室对两个不同浓度水平的汞标准样品溶液（11.4±1.1）μg/L 和（20.4±1.6）μg/L 利用金膜富集法分别制备了汞含量为 11.4 ng 和 20.4 ng 的标准样品富集管（每个浓度水平各 6 根），并对其汞含量进行了测定，相对误差分别为-7.0%~9.3%，-6.4%~5.0%；相对误差最终值分别为-0.07%±13%和-0.24%±8.6%。

11 质量保证和质量控制

11.1 采样流量

采样开始和结束时的流量相对偏差应在 10%以内。

11.2 校准

工作曲线的相关系数应大于等于 0.995，否则重新建立工作曲线。

每次分析前应该制备一个曲线中间点标准富集管验证工作曲线，如测定浓度偏差大于 10%，则需重新建立工作曲线。

11.3 空白

每次工作曲线建立后应至少制备和分析一个试剂空白。空白值应低于检出限（约 0.15 ng），否则应查明原因，必要时重新建立工作曲线，试剂空白合格后方可进行样品分析。

每批次样品应至少采集和分析一个全程序空白。空白值应低于 2 倍检出限（约 0.3 ng），否则应重新采样进行分析。

11.4 平行样品测定

每批次样品应至少采集一个平行样品，相对偏差应在 20% 以内。

11.5 标准样品测定

利用金膜富集法将市售有证标准样品溶液中一定量的汞通过汞发生富集系统（6.4）富集到富集管（6.1）中，即制备成标准样品富集管，每 20 个样品或每批次样品（当每批次样品少于 20 个时）测定一个中等浓度（5~50 ng）的标准样品富集管，其回收率应在 85%~115% 之间。

11.6 动态捕集效率和穿透率

每批次富集管在第一次使用前抽取 10% 的富集管通过汞发生富集系统（6.4）进行动态捕集效率测试，捕集效率按公式（2）计算。动态捕集效率不应低于 95%。

$$Y = \frac{W_2}{W_1} \times 100 \quad (2)$$

式中：Y——富集管动态捕集效率，%；

W_1 ——加入到汞发生富集系统中的汞含量，ng；

W_2 ——利用汞发生富集系统制备得到的富集管中测得的汞含量，ng。

当测定高浓度气态汞时，需要串联两根富集管。富集管穿透率按公式（3）计算。要求富集管穿透率 ≤ 20%，结果以两根富集管气态汞浓度之和报出。否则应减少采样体积重新采样。

$$K = \frac{M_2}{M_1 + M_2} \times 100 \quad (3)$$

式中：K——富集管穿透率，%；

M_1 ——第一根富集管中测得的气态汞含量，ng；

M_2 ——第二根富集管中测得的气态汞含量，ng。

其他质量保证和质量控制措施按照 HJ 194 中相关规定执行。

12 废物处理

实验过程中产生的含汞废气在排出之前用汞尾气过滤器吸附，以免污染空气；实验产生的含汞废渣和废液应集中收集在有盖的容器中，做好标记，分类保管，委托有资质的单位进行处置。

13 注意事项

13.1 富集管不适用于有油烟、油雾环境空气中气态汞的测定。

13.2 富集管反复使用后，金膜微粒在石英管中会发生松动，因而影响对汞的富集效果，故使用时需塞紧压实。

13.3 为避免污染，应定期更换采样与分析系统中的连接管，实验室内不存放金属汞或汞的化合物及其溶液，测试过程最好在具有净气系统的房间中进行。

13.4 所有玻璃器皿使用前均需用稀硝酸（1+1）浸泡过夜，再用实验用水清洗干净。

13.5 每次测定开始前和测定完高浓度样品后，应在仪器上运行一次净化程序，以消除仪器管路中残留汞的影响。

附录 A
(规范性附录)
富集管的制备及示意图

称取 0.20 g 氯金酸 ($\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 溶解于 50 ml 实验用水中, 加入 5.0 g 石英砂 (50~80 目), 搅拌均匀, 在沸水浴上蒸干, 然后装在空石英管中, 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, 在石英砂颗粒表面形成金膜薄层, 然后放在干燥器中冷却, 将制备好的金膜微粒装瓶备用。

称取约 0.45 g 金膜微粒, 装入到内径约为 0.5 cm, 与热解析器长度相配套的石英管中, 并使金膜微粒处于石英管的中间位置, 长度约 1 cm, 金膜微粒两端用石英棉固定, 塞紧压实, 但不要使其破碎。如图 A.1 所示。



图 A.1 富集管示意图

附录 B
(资料性附录)
碘活性炭的制备

称取 10 g 碘 (I_2) 和 20 g 碘化钾 (KI) 于烧杯中, 再加入 200 ml 实验用水, 配成溶液, 然后向溶液中加入约 100 g 71 μm 以下木质活性炭粉, 用力搅拌至溶液脱色后倾出溶液, 将活性炭在 100~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干, 置于干燥器中备用。
