

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

环境空气 汞的测定 金膜富集-冷原子 吸收分光光度法

Ambient air-Determination of mercury-Gold amalgamation cold
atomic absorption spectrophotometry
(征求意见稿)

201□-□□-□□ 发布

201□-□□-□□ 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	I
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.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	5
8 分析步骤.....	6
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 注意事项.....	10
附录 A 金膜微粒的制备.....	12

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，规范环境空气中汞及其化合物的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定环境空气中汞的金膜富集-冷原子吸收分光光度法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由环境保护部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、上海市淞江区环境监测站、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、北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境空气 汞的测定

金膜富集-冷原子吸收分光光度法

警告：汞及其化合物毒性很强，操作时应加强室内通风，实验室人员在取用含有汞的标准品时，须小心并佩戴手套；反应后的含汞废气在排出之前用碘-活性炭吸附，以免污染空气；检测后的残渣残液应做妥善的安全处理。

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气中汞的金膜富集-冷原子吸收分光光度法。

本标准适用于环境空气中汞的测定。

对于气态样品，当采集 60 L 时，方法检出限为 1.8 ng/m³，测定下限为 7.2 ng/m³。对于颗粒态样品，当采集 3.6 m³ 时，方法检出限为 0.031 ng/m³，测定下限为 0.13 ng/m³。

2 规范性引用文件

本标准内容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/T 194 环境空气质量手工监测技术规范

GB/T 15432 环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法

3 方法原理

空气中的汞以气态和颗粒态存在。利用汞在金表面的汞齐化性质通过金膜微粒汞富集管进行气态汞的捕集，通过滤膜进行颗粒态汞的采集。由于气态汞的汞齐化需要低采样流量以利于空气中的汞吸附于金表面上，而颗粒态汞则需要较高的采样流量以采集足量的颗粒物，因此气态和颗粒态汞应以独立的采样系统分别采集。

以双金汞齐-冷原子吸收测汞仪直接测定富集管中的气态汞含量。采集于滤膜中的颗粒态汞经酸消解，氧化后再用氯化亚锡还原为汞原子，并被抽入到金膜微粒富集管中进行富集，以双金汞齐-冷原子吸收测汞仪测定得到颗粒态汞的含量。

4 干扰和消除

苯、甲苯、氨水、丙酮、氮氧化物等蒸气进入测汞仪吸收池后，也能吸收 253.7 nm 的紫外线，产生正误差。因此，应避免同时使用上述试剂。

卤素能与 Hg^{2+} 络合形成稳定的络合物，导致测定结果偏低。因此，应尽量避免同时使用该类试剂。

如富集管被油雾、水汽等所沾污，会发生富集管“中毒”现象，造成富集不完全和释放不完全，必须再生后使用，可将此管加热到 800°C 以上并同时向管内通入高纯氮气2分钟，以去除杂质。

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，GB/T 6682，二级。

5.1 溴化钾 (KBr)：优级纯。

5.2 溴酸钾 (KBrO_3)：优级纯。

5.3 盐酸羟胺 ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$)。

5.4 氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

5.5 标准缓冲液：pH=6.86。

5.6 浓盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19\text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.7 浓硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84\text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.8 浓硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=1.42\text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.9 氢氧化钠 (NaOH)：优级纯。

5.10 硫酸溶液：1+49，用优级纯浓硫酸（5.7）配制。

5.11 硫酸溶液：1+99，用优级纯浓硫酸（5.7）配制。

5.12 硝酸溶液：1+9，用优级纯浓硝酸（5.8）配制。

5.13 氯化溴 (BrCl)：

在通风橱中将 100 ml 浓盐酸（5.6）倒入烧杯中并放在磁力搅拌器上进行搅拌，将称取的 1.08 g 溴化钾（5.1）加入到烧杯中，持续搅拌至完全溶解（约 1 小时），接着将称取的 1.52 g 溴酸钾（5.2）加入到烧杯中，持续搅拌至完全溶解（约 1 至 2 小时），溶液呈深黄色。将溶液转移至试剂瓶中于室温下储存在通风橱中。

5.14 盐酸羟胺溶液： $\omega(\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})=30\%$

称取 30.0 g 盐酸羟胺 ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) （5.3）用少量水溶解，并用水稀释至 100 ml 不透明的特氟隆瓶中，冷藏保存。

5.15 氯化亚锡溶液： $\omega(\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O})=25\%$

称取 25.0 g 氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (5.4) 于 150 ml 干烧杯中, 加 25 ml 浓盐酸, 加热至全部溶解后, 用水稀释至 100 ml, 以 1 L/min 流量, 通入高纯氮气, 以除去本底汞。此溶液需置于不透明的特氟隆瓶中, 冷藏保存。

5.16 汞标准贮备液: $\rho(\text{Hg}) = 1000 \mu\text{g/ml}$ 。

称取 0.1354 g 氯化汞, 溶解于 1+99 硫酸溶液 (5.11) 中, 移入 100 ml 容量瓶中, 以 1+99 硫酸溶液 (5.11) 稀释至标线。此溶液每毫升含 1000 μg 汞。暗处 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 保存期限一年。

汞标准贮备液也可使用市售有证标准溶液。

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

吸取汞标准贮备液 (5.16) 1.00 ml, 移入 100 ml 容量瓶中, 用 1+99 硫酸溶液 (5.11) 稀释至标线, 此溶液每毫升相当于含 10.0 μg 汞。暗处 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 保存期限一个月。

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

临用前, 吸取汞标准中间液 (5.17) 1.00 ml, 移入 100 ml 容量瓶中, 用 1+99 硫酸溶液 (5.11) 稀释至标线。此溶液每毫升相当于含 0.10 μg 汞。

5.19 酸气洗涤液: $\omega(\text{NaOH}) = 30\%$

用于汞发生富集系统中管路内酸气的吸收, 称取 30.0 g 优级纯 NaOH (5.9) 用少量水溶解, 并用水稀释至 100 ml。保存于聚乙烯瓶中。

5.20 气体洗涤缓冲液:

用于双金汞齐-冷原子吸收测汞仪气路中酸碱气体的吸收, 用 pH=6.86 标准缓冲液 (5.5) 与去离子水 1: 1 比例配制。

5.21 碘活性炭:

称取 10 g 碘 (I_2) 和 20 g 碘化钾 (KI) 于烧杯中, 再加入 200 ml 蒸馏水或去离子水, 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。

5.22 氮气: 纯度在 99.99% 以上。

6 仪器和设备

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃仪器。

6.1 金膜微粒汞富集管 (简称富集管):

内径为 0.5 cm, 长 16 cm 的石英管 (距离管一端 6.5 cm 处制作有 3 个凹缩), 中间装

有 1 cm 长的金膜微粒（约 0.45 g），金膜微粒两端用石英棉塞紧。该管对汞的饱和吸收量为 1 μg 。在组装富集管前将所有组成吸附管的部件以高温炉处理的方式去除所有的汞，金膜微粒以 500 $^{\circ}\text{C}$ 加热 1 小时，石英棉以 600 $^{\circ}\text{C}$ 加热 1 小时，石英管以 700 $^{\circ}\text{C}$ 加热 1 小时。

也可购买商品汞富集石英管。

富集管在使用前，应将富集管在汞热解吸器上 500 $^{\circ}\text{C}$ 以上加热解吸至少一次或高温炉上 700 $^{\circ}\text{C}$ 加热 2 小时并同时向管内通入高纯氮气，以除去本底或残存的汞和其它干扰物质，空白值应符合要求，则表示富集管已净化，冷却后，两端用聚四氟乙烯塞子密封，贮于无汞的干燥器中，7 天内使用。

6.2 膜托：47 mm，用于颗粒态汞采样及气态汞预滤装置。

6.3 滤膜：47 mm，石英纤维滤膜。石英纤维滤膜在使用前须先在 500 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉内加热 1 小时以去除其中的汞，处理好的滤膜用锡纸包好后置于双层可密封的聚乙烯袋中，贮于无汞的干燥器中，7 天内使用。

6.4 空气采样器：用于采集气态汞，流量范围 0.1~1.5 L/min 可调，精度优于 $\pm 2\%$ 。

6.5 空气采样器：用于采集颗粒态汞，流量范围 5~30 L/min 可调，精度优于 $\pm 2\%$ 。

6.6 双金汞齐-冷原子吸收测汞仪：为防止样品富集管释放出来的除汞以外的其它酸碱性气体杂质和水蒸汽直接进入冷原子吸收池内影响测定，本方法采用双金汞齐-冷原子吸收测汞系统，即在冷原子吸收池前串联了两组热解析器，两组热解析器之间加装气体洗涤缓冲瓶和除水缓冲瓶，富集管被放到第一组热解析器中加热至 600 $^{\circ}\text{C}$ 以上进行解析，金汞齐中的汞将定量地释放出来，被释放出来的汞经过气体洗涤缓冲瓶和除水缓冲瓶被抽入到第二组热解析器里内置的金膜微粒富集管中被重新富集，升温加热解析后，汞被快速释放到冷原子吸收池内，利用汞蒸气对波长 253.7 nm 紫外光的吸收作用，用冷原子吸收分光光度法测定。

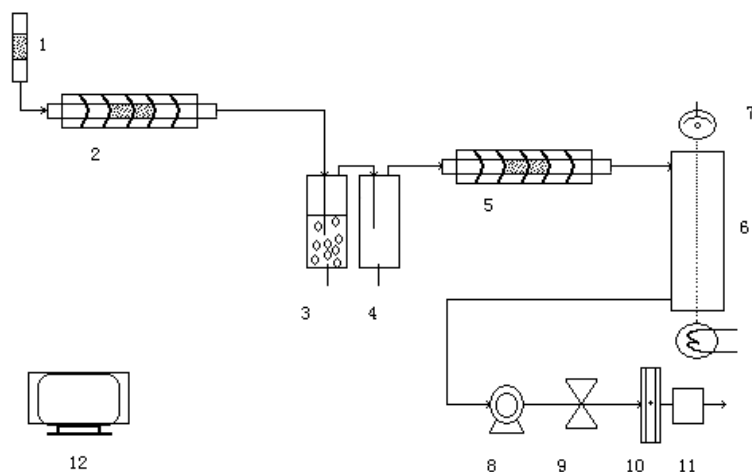


图1 双金汞齐-冷原子吸收测汞仪

1-进口空气净化金膜汞富集管 2-第一组金汞齐热解析器（样品富集管热解析系统）3-气体洗涤缓冲瓶 4-除水缓冲瓶 5-第二组金汞齐热解析系统（用于汞蒸汽的再次富集管快速解析）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-碘活性炭汞尾气过滤器 12-工作站

6.7 汞发生富集系统：

用于由汞标准溶液制备汞的标准富集管和由颗粒态汞的酸消解氧化液制备汞的样品富集管。使用特氟隆管及配件用于管路的连接。

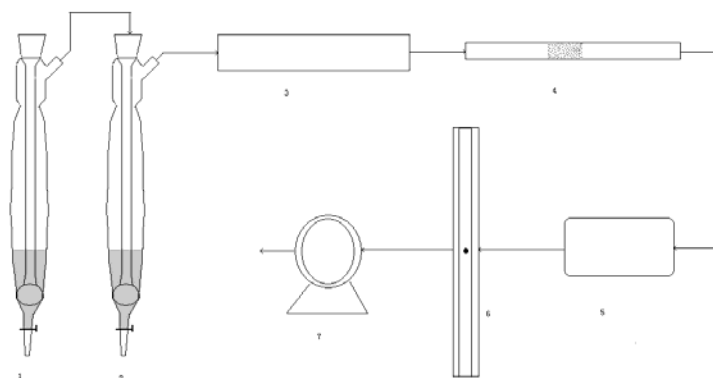


图2 汞发生富集系统

1-汞蒸气发生瓶 2-内装 30% NaOH 的酸气吸收瓶 3-无水氯化钙或高氯酸镁干燥管 4-金膜富集管 5-碘活性炭汞尾气过滤器 6-可调流量计 7-抽气泵

6.8 微波消解系统：附温度及压力控制系统和 50 ml 消化罐，功率 0~1800 W 可调，最高温度 260℃，最高压力 1500 psi。用于颗粒态汞样品滤膜的消解。

6.9 高温炉：用于烘烤石英纤维滤膜、石英棉及石英管、富集管用，可加热至 800℃ 以上。

6.10 一般实验室常用仪器。

7 样品

7.1 样品的采集

采集气态汞和颗粒态汞的过程需在同一地点同一时刻进行，两台采样器距离应在 10 米以内。装好富集管和滤膜后，两台采样器开启时间间隔和关闭时间间隔应控制在 15 min 以内。现场记录日期、采样地点、时间、大气温度、大气压力、相对湿度、采样前流量、采样后流量等信息。

7.1.1 气态汞的采集

将富集管（6.1）连接在空气采样器（6.4）上，使富集管处于垂直位置，进气口朝下，

富集管前装置一个膜托（6.2），内装石英纤维滤膜，以先滤除采样时空气中的颗粒物，以 0.5 L/min 的流量，进行采样，采样 2 小时以上或进行 24 小时采样（日均值）。在采样组装及取出的过程中，采样人员必须穿戴无粉手套、并位于样品的下风处，以避免由衣物及呼吸所带来的可能污染。操作时避免手指沾污富集管管端。

当测定工作场所中的气态汞时，由于汞的浓度可能较高，需要以 2 支串联富集管收集，以特氟隆管将第 1 支富集管的出口和第 2 支富集管的进口连接起来；第 1 支富集管前装置一个膜托，内装石英纤维滤膜，以先滤除采样时空气中的颗粒物。

7.1.2 颗粒态汞的采集

采样方法按《环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法》（GB/T 15432）有关规定执行，采用空气采样器（6.5）和石英纤维滤膜（6.3），以 30 L/min 流量采集 2 小时以上或进行 24 小时采样（日均值）。详细记录采样条件。在采样组装及取出的过程中，采样人员必须穿戴无粉手套、并位于样品的下风处，以避免由衣物掉落微粒所带来的可能污染，另外装卸滤膜时必须戴无粉手套用特氟隆镊子取放。

7.1.3 全程序空白

7.1.3.1 富集管空白样品

在采集气态汞时，将一空白富集管也带到现场，同样品采集方法置于采样器中，在不连接管路的情况下，放置 2 分钟做为全程空白富集管样。

7.1.3.1 滤膜空白样品

在采集颗粒态汞时，将一空白石英纤维滤膜如同样品滤膜一样置于采样器的膜托中，在不连接管路的情况下，放置 2 分钟做为全程空白滤膜样。

7.2 样品的保存

富集管样品采样结束后用特制的聚四氟乙烯塞子密封样品管的两端，并将样品管以双层聚乙烯袋子密封以避免污染，如果样品在采样结束后不能被立刻分析，可将包裹好的样品富集管暂时放在冰箱内 4℃ 以下低温储存，保存期限为 14 天。

滤膜样品采集后置于滤膜盒中保存，并将滤膜盒以双层聚乙烯袋子密封以避免污染，颗粒态汞分析前样品滤膜须冷冻保存，保存期限为一个月。

8 分析步骤

8.1 标准曲线的绘制

8.1.1 取 6 支 10 ml 具塞比色管，按表 1 配制标准系列。

表 1 汞标准系列

管号	0	1	2	3	4	5
汞标准使用液(ml)	0	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00
1+49 硫酸 (ml)	5.00	4.90	4.70	4.50	4.30	4.00
汞含量 (ng)	0	10.0	30.0	50.0	70.0	100

8.1.2 汞发生富集系统气路检漏与清汞 用一根空石英管代替汞富集管串接在汞发生富集系统中,开启并调整富集流量在0.8 L/min,检查富集系统气路有无漏气情况。在酸气吸收瓶中装入10 ml 30%NaOH (5.9) ,往汞蒸气发生瓶内加入5 ml 1+49硫酸 (5.11), 0.50 ml 25%氯化亚锡溶液 (5.15) ,并用去离子水冲发生瓶管壁,抽气10分钟以去除系统中可能存在的汞。

8.1.3 富集 取经过加热除汞处理的富集管串接在汞发生富集系统管路中,依次将各管溶液移入汞发生富集系统中的汞蒸气发生瓶,并用去离子水冲洗发生瓶管壁,开启并调整富集流量在 0.8 L/min,然后在汞蒸气发生瓶内加入 0.50 ml 25%氯化亚锡溶液 (5.15) ,富集 3 分钟。

8.1.4 测定 取下汞富集管,将其插入到双金汞齐-冷原子吸收测汞仪第一组热解析器插孔内,富集管前端再串联一根净化进口空气用的金膜富集管,保证抽入到气路当中的空气不含汞。将富集管后端联结好管路,并往管路后端的缓冲瓶内倒入 20 mm 高的气体洗涤缓冲液 (5.19) ,运行热解析程序使两组热解析器依次热解析,解析温度为 600 ℃,解析时间为 2 分钟,转移时间为 40 秒,汞蒸气进入到冷原子吸收池后被测定,以仪器响应值对汞含量(ng)绘制标准曲线。

8.2 样品测定

8.2.1 气态汞样品的测定

采样后,将富集管插入双金汞齐-冷原子吸收测汞仪第一组热解析器插孔内,按标准曲线绘制 8.1.4 测定步骤进行,测定样品富集管中汞含量。

8.2.2 颗粒态汞样品的测定

8.2.2.1 滤膜的消解

在通风橱中,用经酸洗的特氟隆镊子将滤膜取出,用两个镊子将滤纸折叠至四分之一大小,置入微波消解罐中,用移液管将 20 ml 1+9 硝酸 (5.12) 加至每个消解罐中,将消解罐盖上顶盖后放入到微波消解器中,接上适当的压力及温度监控感应器,在表 2 的微波消解条

件下开始消解程序以得到最佳的消解效果。消解程序结束后，须待消解罐冷却后，由微波消解系统中取出消解罐到通风橱中。

表 2 微波消解条件

消解步骤	1	2	3
消解温度 T	120℃	160℃	100℃
升（降）温时间 ta	5 min	3 min	2 min
保温时间 t	10 min	15 min	5 min

8.2.2.2 消解液的氧化

在通风橱中小心打开消解罐，并在每个消解罐溶液中加入 0.5 ml BrCl (5.13)，并轻轻摇晃混合消解罐内溶液，静置使其反应至少 1 小时，以保证溶液中所有的汞氧化为二价汞，将溶液转移至容量瓶中，用去离子水定容至 25 ml。

8.2.2.3 富集

取经过加热除汞处理的富集管串接在汞发生富集系统管路中，取 5 ml 经氧化的滤膜消解液至汞蒸气发生瓶，并用去离子水冲洗发生瓶管壁，使汞蒸气发生瓶与富集管连接，加入 0.1 ml 30%盐酸羟氨 (5.14) 至汞蒸气发生瓶以减少消解液中的卤素；轻轻摇晃汞蒸气发生瓶使溶液混合，反应 5 分钟。然后在汞蒸气发生瓶内加入 0.50 ml 25%氯化亚锡溶液(5.15)，富集 3 分钟。

8.2.2.4 测定

取下汞富集管，将其插入到双金汞齐-冷原子吸收测汞仪第一组热解析器插孔内，按标准曲线绘制 8.1.4 测定步骤进行，测定该富集管中汞含量。

9 结果计算与表示

9.1 空气中气态汞的质量浓度按公式 (1) 计算：

$$\rho_1 (\text{Hg}) = \frac{W - W_0}{V_{nd}} \quad (1)$$

式中： $\rho_1 (\text{Hg})$ ——环境空气中的气态汞的浓度 (ng/m^3)；

W ——样品富集管中测得的汞含量，ng；

W_0 ——全程空白富集管中测得的汞含量，ng；

V_{nd} ——标准状态 (101.325kPa, 273K) 下的采样体积， m^3 。

9.2 空气中颗粒态汞的质量浓度按公式（2）计算：

$$\rho_2(\text{Hg}) = \frac{W - W_0}{V_{nd}} \times \frac{V}{V_1} \quad (2)$$

式中： $\rho_2(\text{Hg})$ ——环境空气中颗粒态汞的浓度（ng/m³）；

W ——由样品膜制备的富集管中测得的汞含量，ng；

W_0 ——全程空白滤膜制备的富集管中测得的汞含量，ng；

V ——样品滤膜消解液定容体积，ml；

V_1 ——分取到汞蒸汽发生瓶中的消解液体积，ml；

V_{nd} ——标准状态（101.325kPa，273K）下的采样体积，m³。

9.3 空气中总汞的质量浓度按公式（3）计算：

$$\rho(\text{Hg}) = \rho_1(\text{Hg}) + \rho_2(\text{Hg}) \quad (3)$$

式中： $\rho(\text{Hg})$ ——环境空气中的汞浓度（ng/m³）。

9.4 结果表示

保留三位有效数字，小数点后最多保留检出限的小数点后相应位数。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6个实验室对汞含量为10.0 ng、50.0 ng、90.0 ng三个不同浓度水平金膜富集管模拟样品（每个浓度水平各6支）进行了测定：实验室内的相对标准偏差分别为0.93%~6.8%，1.1%~3.1%和0.47%~2.4%，实验室间的相对标准偏差为：6.7%、2.8%和1.4%，重复性限 r 为 1.2 ng、2.7 ng和3.6 ng，再现性限 R 为2.2 ng、4.7 ng和4.9 ng。

10.2 准确度

6个实验室内对制备的11.4±1.1 ng、20.4±1.6 ng两个不同浓度水平的金膜富集管形式的模拟标准样品（每个浓度水平各6支）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%±13.0%）_{11.4±1.1}和（-0.24%±8.6%）_{20.4±1.6}。

11 质量保证和质量控制

11.1 校准曲线

相关系数应大于等于 0.999，否则重新绘制校准曲线。每次分析前都应该制备曲线中间点标准富集管验证标准曲线，如测定浓度偏差大于 5%，则需重新绘制校准曲线。

11.2 检出限核查

分析样品时，须周期性进行检出限核查，以确认仪器灵敏度是否改变。

11.3 试剂空白

试剂空白样品富集管用来监测在实验室分析程序中可能带来的背景污染的程度，须在开始分析样品前先进行分析。空白值应低于3倍检出限。

11.4 全程序空白

全程序样品用来确认在样品处理的过程中可能污染的程度，每批次监测样品应做一个全程序空白。空白值应低于测定下限。

11.5 精密度控制

由于样品无法进行重复分析，可利用重复制备金膜富集管模拟样品的方式来评估分析程序，每 20 个样品或每一批次（当每批次样品少于 20 个时）样品至少执行一个重复制备的两个富集管模拟样品的分析，相对偏差应在 $\pm 10\%$ 以内。

11.6 准确度控制

由于实际工作中无法用富集管采集得到完全平行的样品即无法进行实际样品加标，因此采用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富集到空白金膜富集管中即间接制备成金膜富集管形式的标准样品，在测定过程中，每 20 个样品或每一批次（当每批次样品少于 20 个时）样品执行一个模拟标准样品，标准样品回收率应在 90%~110% 范围内。

11.7 捕汞效率测试

每一批次富集管在第一次使用前均需要进行捕汞效率测试，捕汞效率及释放效率不应低于 95%。

其他质量保证和质量控制工作按照《环境空气质量手工监测技术规范》（HJ/T 194）中相关规定执行。

12 注意事项

12.1 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，故使用时需注意塞紧。

12.2 金膜上的金汞齐，释放汞的加热温度在 550℃ 以上，因此要求第二组热解析器在 30

秒内可将管内温度升高至 600℃ 以上，以达到瞬时解吸的目的。

12.3 为防止污染，汞发生富集系统所有连接管件及盛装容器均需酸洗洗净。测试过程最好在具有净气系统的房间中进行，利用活性炭减少空气中气态汞浓度。所有会与样品接触的器皿须加以酸洗。所有酸洗后的器皿须放置于双层可密封的聚乙烯袋中，放置富集管和滤膜的容器须以特氟隆带和袋子加以密封。

12.4 汞发生富集系统中汞发生瓶在使用一段时间后会因如下反应：

$$\text{SnCl}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Sn}(\text{OH})\text{Cl} \downarrow (\text{白色}) + \text{HCl}$$
而使瓶壁沾附上一层白色薄膜，易吸附汞，需先用稀硝酸溶液冲洗，再用去离子水清洗干净。

12.5 测定高浓度样品时，应在热解析仪上走一次净化程序，验证空白后，才能再测下一样品，以消除管路中残留汞的影响。

12.6 经过验证也可以使用将颗粒态汞样品滤膜消解成溶液后直接测定的标准方法获得颗粒态汞的含量。

附录 A
(规范性附录)
金膜微粒的制备

称取 0.20 g 氯金酸 ($\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 溶解于 50 ml 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, 装瓶备用。
