

土壤汞 (S-Hg) 浓度检测试剂盒说明书

分光光度法 50 管/48 样

注意：正式测定之前选择 2-3 个预期差异大的样本做预测定。

测定意义：

土壤汞污染能够通过食物链传递和富集，对植物、动物和人类健康产生威胁。矿山开发、工业加工、农业生产和生活垃圾常常造成土壤汞污染，因此评价和防止土壤重金属污染常常需要测定土壤汞含量。

测定原理：

土壤经消化后，汞以 Hg^{2+} 离子形式存在； Hg^{2+} 能与二硫脲生成橙色络合物，溶于三氯甲烷后，在 490nm 测定吸光度，即可计算 S-Hg 含量。

自备仪器和用品：

可见分光光度计、1mL 玻璃比色皿、恒温水浴锅、可调式移液枪、100 目筛（可更小）、浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、三氯甲烷和蒸馏水。

试剂组成和配制：

标准品：液体×1 支，4 n mol/mL Hg 标准液，4℃ 保存。

试剂一：自备。提供 50 mL 空试剂瓶。在该试剂瓶中加入 26 mL 蒸馏水，18 mL 浓盐酸，6 mL 浓硝酸，混匀，4℃ 避光保存。

试剂二：粉剂×1 瓶，4℃ 避光保存。临用前加 46 mL 蒸馏水充分溶解。

试剂三：粉剂×1 瓶，4℃ 保存。临用前加 5.5 mL 蒸馏水充分溶解。

试剂四：粉剂×1 瓶，4℃ 保存。临用前加 2.6 mL 蒸馏水充分溶解。

试剂五：粉剂×1 瓶，4℃ 保存。临用前加 13 mL 蒸馏水充分溶解。

试剂六：粉剂×1 瓶，4℃ 避光保存。临用前加 50 mL 三氯甲烷充分溶解。

S-Hg 测定操作：

1. 分光光度计预热 30 min，调节波长到 490 nm，三氯甲烷调零。
2. 样品管：风干的土壤，过 100 目筛后精确称取 0.1 g 左右，装入 EP 管；加入 1 mL 试剂一，充分混匀后沸水浴消化 60 min。取出冷却后室温 8000g 离心 10min，吸取 100 μL 上清液加入新的 EP 管 ($\geq 2.5\text{ mL}$)；再先后加入 900 μL 蒸馏水和 100 μL 浓硫酸，混匀；最后加入 900 μL 试剂二，混匀后 40℃ 水浴 24h，期间震荡数次。
3. 标准管：取 EP 管，加入 100 μL 标准液，900 μL 蒸馏水和 100 μL 浓硫酸，混匀；最后加入 900 μL 试剂二，混匀后 40℃ 水浴 24h，期间震荡数次。
4. 于样品管和标准管分别加入 100 μL 试剂三，震荡至无色；开盖静置 30min，期间震荡数次，以排出气体。
5. 加入 50 μL 试剂四，充分混匀后静置 5min；加入 250 μL 试剂五，盖紧后震荡至少 1min，静置 10min 以分层。
6. 小心吸取 100 μL 下层溶液，加入 1mL 试剂六，震荡使无色，静置 10 min 以分层。
7. 小心吸取 700 μL 下层溶液，加入 1mL 玻璃比色皿，于 490nm 处比色，记录各管吸光值。分别记为 A 样品管和 A 标准管。

注意：标准管只需测定一次。

S-Hg 浓度计算公式：

$$\begin{aligned} \text{S-Hg (n mol Hg/g)} &= [\text{C 标} \times \text{A 测定管} \div \text{A 标准管}] \times \text{V 总} \div \text{V 样} \div \text{W} \\ &= 40 \times \text{A 测定管} \div \text{A 标准管} \div \text{W} \end{aligned}$$

C 标：标准液浓度，4 n mol/mL Hg；V 总：上清液总体积，1 mL；W：土样质量，g；V 样：

加入上清液体积，100 μ L=0.1 mL。

注意事项：

- 1、试剂一有刺激性气味，易挥发，实验过程中应注意佩戴口罩和手套，使用完立即盖好盖子，以免试剂不够；
- 2、测定过程中需加入浓硫酸，加浓硫酸时需注意，避免溅到皮肤或眼睛上；
- 3、静置分层后，用 1mL 移液枪，排除空气后，轻轻插入下层溶液中，缓慢吸取下层溶液。