



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15555.1—1995

---

## 固体废物 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法

Solid waste—Determination of total mercury—  
Cold atomic absorption spectrometry

1995-03-28 发布

1996-01-01 实施

国家环境保护局  
国家技术监督局

发布

固体废物 总汞的测定  
冷原子吸收分光光度法

GB/T 15555.1—1995

Solid waste—Determination of total mercury—  
Cold atomic absorption spectrometry

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了测定固体废物浸出液中总汞的高锰酸钾-过硫酸钾消解冷原子吸收分光光度法。

1.2 本标准方法适用于固体废物浸出液中总汞的测定。

1.2.1 在最佳条件下(测汞仪灵敏度高,基线漂移及试剂空白值极小),当试样体积为 200 mL 时,最低检出浓度可达  $0.05 \mu\text{g/L}$ 。在一般情况下,测定范围为  $0.2 \sim 50 \mu\text{g/L}$ 。

1.2.2 干扰

碘离子浓度等于或大于  $3.8 \text{ mg/L}$  时明显影响精密度和回收率。若有机物含量较高,规定的消解试剂最大量不足以氧化样品中的有机物,则方法不适用。

2 原理

在硫酸-硝酸介质及加热条件下,用高锰酸钾和过硫酸钾等氧化剂,将试液中的各种汞化合物消解,使所含的汞全部转化为二价无机汞。

用盐酸羟胺将过量的氧化剂还原,在酸性条件下,再用氯化亚锡将二价汞还原成金属汞。

在室温下通入空气或氮气,使金属汞气化,通入冷原子吸收测汞仪,在  $253.7 \text{ nm}$  处测定吸光度值。

3 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准,或专业标准的试剂。

3.1 无汞蒸馏水:二次重蒸馏水或电渗析去离子水可满足要求。也可将蒸馏水用优级纯盐酸酸化至 pH3,然后通过巯基棉纤维管(3.2)除汞。

3.2 巯基棉纤维除汞管:在内径  $6 \sim 8 \text{ mm}$ ,长  $100 \text{ mm}$  左右,一端拉细的玻璃管中,或  $500 \text{ mL}$  分液漏斗放液管中,填充  $0.1 \sim 0.2 \text{ g}$  巯基棉纤维(3.3),将待净化的试剂或蒸馏水以  $10 \text{ mL/min}$  的速度流过  $1 \sim 2$  次即可除尽汞。

3.3 巯基棉纤维:于棕色广口瓶中,依次加入巯基乙酸( $\text{CH}_2\text{SHCOOH}$ ) $100 \text{ mL}$ 、乙酸酐  $60 \text{ mL}$ 、 $36\%$  乙酸  $40 \text{ mL}$ 、浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $0.3 \text{ mL}$ ,充分混匀,冷却至室温后,加入  $30 \text{ g}$  长纤维脱脂棉,使之浸泡完全,用水冷却,待反应热散去后,加盖放入  $40 \pm 2 \text{ C}$  的烘箱中  $2 \sim 4 \text{ d}$  后取出。用砂芯过滤漏斗抽滤,用无汞重蒸馏水(3.1)充分洗涤至中性后,摊开于  $30 \sim 35 \text{ C}$  烘干,放于棕色广口磨口瓶中,避光,低温下保存待用。

3.4 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ ,优级纯。

3.5 硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ,优级纯。

3.6 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ,优级纯。

- 3.7 重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ ), 优级纯。
- 3.8 高锰酸钾( $KMnO_4$ )溶液, 5%: 将 50 g  $KMnO_4$  (优级纯, 若纯度达不到优级纯, 要求重结晶提纯  $KMnO_4$ ) 用水溶解后, 定容至 1 000 mL, 贮于棕色瓶中。
- 3.9 过硫酸钾( $K_2S_2O_8$ )溶液, 5%: 将 5 g 过硫酸钾溶于少量水中, 定容至 100 mL。现配现用。
- 3.10 盐酸羟胺( $NH_2OH \cdot HCl$ )溶液, 20%: 将 20 g 盐酸羟胺用水溶解后稀释至 100 mL。该溶液不可久贮。
- 3.11 氯化亚锡( $SnCl_2$ )溶液, 20%: 将 20g  $SnCl_2$  加入 20 mL  $HCl$  (3.6) 中, 微微加热溶解, 冷却后用水稀释至 100 mL。以 2.5 L/min 的流速通入氮气约 2 min 除汞, 加几颗锡粒密塞保存。
- 3.12 经碘化处理的活性炭: 称取 1 份重量碘、2 份重量碘化钾和 20 份重量水, 在烧杯中制成溶液, 加入约 10 份重量的粒状活性炭(工业用,  $\phi 3$  mm, 长 3~7 mm), 用力搅拌至溶液脱色后, 用 G1 号砂芯漏斗滤出活性炭, 在约 105 °C 烘干 1~2 h, 备用。
- 3.13 汞标准固定液(称固定液), 0.5 g/L: 将 0.5 g 重铬酸钾(3.7)溶于 950 mL 水中, 再加入 50 mL  $HNO_3$  (3.5)。
- 3.14 稀释液: 将重铬酸钾(3.7) 0.2 g 溶于 900 mL 水中, 加入  $H_2SO_4$  (3.4) 28 mL, 冷却后定容至 1 000 mL。
- 3.15 汞标准贮备液, 100  $\mu g/mL$ : 称取在硅胶干燥器中放置过夜的氯化汞( $HgCl_2$ ) 0.135 4 g, 用固定液(3.13)溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中, 再用固定液定容, 摇匀。
- 3.16 汞中间标准溶液, 10  $\mu g/mL$ : 吸取汞标准贮备液(3.15) 10.0 mL, 用固定液(3.13)定容至 100 mL。
- 3.17 汞标准使用溶液, 0.10  $\mu g/mL$ : 吸取汞标准中间液(3.16) 10.0 mL, 用固定液(3.13)定容至 1 000 mL, 摇匀。于室温下阴凉处保存。通常可使用 3 个月。
- 3.18 变色硅胶: 干燥用。
- 3.19 洗液: 将 10 g 重铬酸钾溶于 9 L 蒸馏水中, 加入 1 000 mL  $HNO_3$ 。

## 4 仪器

一般实验室器皿及下列专用仪器及器材:

- 4.1 测汞仪。
- 4.2 汞还原器, 容积分别有 25、50、100 mL, 具有磨口, 带有莲蓬形多孔吹气头的翻气瓶。
- 4.3 U 形管,  $\phi 15 \times 110$  mm, 内填 60~80 mm 的普通粒状变色硅胶(3.18)。
- 4.4 三通阀。
- 4.5 汞吸收装置: 250 mL 玻璃制干燥塔, 内填经碘化处理的活性炭(3.12)。仪器的净化系统, 可根据不同测汞仪的特点及具体条件进行连接。更换 U 形管中的硅胶。