



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 发布
国家技术监督局

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
固 体 废 物 总 汞 的 测 定
冷 原 子 吸 收 分 光 光 度 法

GB/T 15555.1—1995

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:63787337、63787447

1995年11月第一版 2006年3月电子版制作

*

书号:155066·1-24591

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

中华人民共和国国家标准

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 0.2~50 $\mu\text{g/L}$ 。

1.2.2 干扰

碘离子浓度等于或大于 3.8 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 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 6~8 mm,长 100 mm 左右,一端拉细的玻璃管中,或 500 mL 分液漏斗放液管中,填充 0.1~0.2 g 巯基棉纤维(3.3),将待净化的试剂或蒸馏水以 10 mL/min 的速度流过 1~2 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(CH_2SHCOOH)100 mL、乙酸酐 60 mL、36%乙酸 40 mL、浓 H_2SO_4 0.3 mL,充分混匀,冷却至室温后,加入 30 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 $40\pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中 2~4 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 $30\sim 35^\circ\text{C}$ 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(H_2SO_4), $\rho=1.84\text{ g/mL}$,优级纯。

3.5 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42\text{ g/mL}$,优级纯。

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

国家环境保护局 1995-03-28 批准
国家技术监督局

1996-01-01 实施