



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 98—1999

城市生活垃圾 汞的测定
冷原子吸收分光光度法

Municipal domestic refuse—Determination of mercury
—Cold atomic absorption spectrophotometric method



1999-11-24 发布

2000-06-01 实施

中华人民共和国建设部 发布

前 言

我国的环卫事业起步较晚,城市生活垃圾汞的监测方法是个空白。目前全国各地生活垃圾的监测方法不统一,为适应我国环境卫生工作的需要,为使城市生活垃圾汞的监测方法规范化、标准化,制定了本标准。

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部城镇环境卫生标准技术归口单位上海市环境卫生管理局归口。

本标准由天津市环境卫生工程设计研究所负责起草。

本标准主要起草人:郑 雯、张 范。

本标准委托天津市环境卫生工程设计研究所负责解释。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市生活垃圾 汞的测定
冷原子吸收分光光度法 CJ/T 98—1999

Municipal domestic refuse—Determination of mercury
—Cold atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了用冷原子吸收分光光度法测定汞的原理、仪器、试剂及操作步骤。

本标准适用于城市生活垃圾中汞的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

CJ/T 3039—1995 城市生活垃圾采样和物理分析方法

3 样品的采集与制备

城市生活垃圾样品的采集与制备、含水率的测定以及试样的保存按 CJ/T 3039 规定进行。

4 原理

汞蒸气对波长253.7nm的紫外光具有强烈的吸收作用。试

中华人民共和国建设部 1999-11-24 批准

2000-06-01 实施

样通过消化/氧化将其中所有有机和无机态的汞转变为汞离子,再用氯化亚锡将汞离子还原成元素汞,用载气将汞原子载入测汞仪的吸收池进行测定。在一定条件下,汞浓度与吸收值成正比。

5 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂,所用水均为蒸馏水。

5.1 浓硝酸(HNO_3), $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ 。

5.2 浓硫酸(H_2SO_4), $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

5.3 浓盐酸(HCl), $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ 。

5.4 1 mol/L 硝酸。

5.5 6%高锰酸钾(KMnO_4)溶液(m/V)。

5.6 10%盐酸羟胺(HONH_2Cl)溶液(m/V)。

5.7 5%过硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$)溶液(m/V)。

5.8 5%硝酸-0.05%重铬酸钾溶液:称取 0.5 g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)溶于蒸馏水中,加入 50 mL 浓硝酸,稀释至 1 000 mL。

5.9 40%氯化亚锡溶液:称取 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 40 mL 浓盐酸中,微热溶解,澄清后用水稀释至 100 mL。

5.10 汞标准储备液:准确称取 0.135 4 g 氯化汞(HgCl_2)于烧杯中,用 5%硝酸-0.05%重铬酸钾溶液溶解后,转移入 1 000 mL 容量瓶中,用 5%硝酸-0.05%重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液汞浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.11 汞标准中间液:准确吸取汞标准储备液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用 5%硝酸-0.05%重铬酸钾溶液稀释至标线,摇匀。此溶液汞浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.12 汞标准使用液:准确吸取汞标准中间液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用 5%硝酸-0.05%重铬酸钾溶液稀释至标线,摇匀。此溶液汞浓度为 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 。该溶液在使用时配制。

2

玻璃对汞有吸附作用,锥形瓶、容量瓶、反应瓶等玻璃器皿每次使用后都需用 10%硝酸溶液浸泡,随后用水洗净备用。

6 仪器

- a)测汞仪;
- b)电热恒温水浴;
- c)分析天平。

7 操作步骤

7.1 标准曲线的绘制

按仪器使用说明书调节好仪器后,准确吸取汞标准使用液 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,7.00,8.00,10.00 mL 分别置于反应瓶中,用 1 mol/L 硝酸稀释至 10 mL,加 40%氯化亚锡 1 mL 立即进行测定,以减去零浓度的各测量值为纵坐标,相应汞含量为横坐标绘制曲线。

7.2 试样的测定

7.2.1 试样的消化

称取约 1 g 的试样(精确至 0.000 1g)于 150 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 浓硝酸,瓶口放一小漏斗静置过夜。然后加入 10 mL 浓硫酸,冷却后再加 2 mL 浓盐酸且盖好小漏斗,置锥形瓶于 65~75℃(高温可导致汞的挥发)的恒温水浴中,消化至悬浊液澄清为止(通常需 4~5h)。从水浴中取出锥形瓶,将其放置到冷水浴中,冷却后慢慢加入 10 mL 6%高锰酸钾溶液,同时缓慢搅拌,静置 15 min。紧接着慢慢滴加 6%高锰酸钾溶液,并缓慢搅拌,直至高锰酸盐离子的紫色至少维持 15 min,然后加入 5 mL 5%过硫酸钾溶液,以保证有机汞化合物完全氧化,该混合物静置 4h 或放置过夜。滴加 10%盐酸羟胺溶液,边滴边摇,直至紫红色和棕色退尽,然后转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容,保留上清液 A 用于(7.2.2)的测定。

7.2.2 试样的测定

吸取 10.00 mL 由(7.2.1)得到的上清液 A 于反应瓶中,加入 1 mL40%氯化亚锡溶液,立即进行测定,并减去空白实验(7.3)的测定值。

7.3 空白实验

与试样测定同步进行空白实验,除不加试样外,所用试剂及用量与试样测定相同。

注:在整个实验过程中,须在通风橱中或通风良好的地方进行。

8 分析结果的表述

汞含量 $c(\text{mg/kg})$ 按下式计算:

$$c = \frac{mV_{\text{样}}}{Vm_{\text{样}}}$$

式中: m ——曲线上查得试样中汞的含量, μg ;

$V_{\text{样}}$ ——试样定容体积, mL;

V ——吸取消化液的体积, mL;

$m_{\text{样}}$ ——称样量, g。

结果以四位小数表示。

9 精密度和准确度

测定两个试样,每个试样分别做了四个平行样,共进行了三批实验,其含量为 0.04~0.45 mg/kg,所得相对标准偏差为 2.2%~5.6%。在 1 g 试样中加入标准汞 0.04~0.2 μg 时,回收率为 82.3%~99.8%。