



中华人民共和国国家标准

GB/T 21058—2007

无机化工产品中汞含量测定的通用方法 无火焰原子吸收光谱法

Inorganic chemicals for industrial use—
General method for mercury content—
Flameless atomic absorption spectrometric method



2007-08-13 发布

2008-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
无机化工产品中汞含量测定的通用方法
无火焰原子吸收光谱法
GB/T 21058—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 8 千字
2007 年 12 月第一版 2007 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-30205 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 21058—2007

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:天津出入境检验检疫局、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘绍从、孙书军、刘军、吕刚、陆思伟。

本标准首次发布。

无机化工产品中汞含量测定的通用方法

无火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定无机化工产品中汞含量的通用方法——无火焰原子吸收光谱法。

本标准适用于无机化工产品中汞含量的测定。

在制备试验溶液时,应参考与所分析产品有关的标准对本标准进行必要的修改使其适合产品的测定。本标准适用于所取试验溶液中汞离子质量浓度为 $0.04\ \mu\text{g/mL}$ ~ $40\ \mu\text{g/mL}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 试验方法

3.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

3.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 规定的二级水。

试验中所需试剂和制品,在没有注明其他要求时均按 HG/T 3696.3 之规定制备。

3.3 原理

样品溶解在酸性溶液中所含的汞化合物成离子状态存在,加入还原剂还原成原子态(元素汞蒸气)。通过气流带出汞,进入石英管内,在波长为 $253.7\ \text{nm}$ 处测定汞,在一定浓度范围其吸收值与汞含量成正比,在工作曲线上查得汞含量。

3.4 试剂和溶液

3.4.1 硝酸:优级纯。

3.4.2 重铬酸钾:优级纯。

3.4.3 硝酸-重铬酸钾溶液。

称取 $5.0\ \text{g}$ 重铬酸钾(3.4.2)溶于水中,加入 $5\ \text{mL}$ 硝酸(3.4.1),用水稀释至 $100\ \text{mL}$ 。

3.4.4 氯化亚锡溶液: $100\ \text{g/L}$ 。

3.4.5 汞标准储备溶液 I: $1\ \text{mL}$ 溶液含汞(Hg) $1.0\ \text{mg}$ 。

称取 $0.1354\ \text{g}$ 预先经硫酸干燥器中干燥 $24\ \text{h}$ 的氯化汞,置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中,用硝酸-重铬酸钾溶液(3.4.3)溶解,全部转移至 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存,有效期一年。

3.4.6 汞标准储备溶液 II: $1\ \text{mL}$ 溶液含汞(Hg) $10\ \mu\text{g}$ 。

用移液管移取 10 mL 汞标准储备溶液 I (3.4.5) 置于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存,有效期一个月。

3.4.7 汞标准溶液 I: 1 mL 溶液含汞(Hg)1 μg 。

用移液管移取 10 mL 汞标准储备溶液 II (3.4.6) 置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液应在使用当天配置。

3.4.8 汞标准溶液 II: 1 mL 溶液含汞(Hg)0.1 μg 。

用移液管移取 1 mL 汞标准储备溶液 II (3.4.6) 置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液应在使用当天配置。

3.4.9 汞标准溶液 III: 1 mL 溶液含汞(Hg)0.01 μg 。

用移液管移取 10 mL 汞标准溶液 II (3.4.8) 置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液应在使用当天配置。

3.5 仪器、设备

测汞仪或原子吸收分光光度计:配有汞空心阴极灯、冷原子蒸气发生装置、消解器(聚四氟乙烯材质)。测汞仪工作条件参见附录 A。

3.6 分析步骤

3.6.1 测定环境条件

由于实验室环境中的苯、甲苯、氨水、丙酮、氮氧化物对波长 253.7 nm 有吸收,达到一定浓度时,测汞仪就会有响应。因此,在进行冷原子吸收法测汞时应避免同时使用以上试剂。试验溶液中碘有明显的干扰,应采取措施加以消除,干扰及消除方法参见附录 B。

3.6.2 称样和试验溶液的制备

称样量和制备试验溶液的方法按有关产品标准中的规定。

3.6.3 空白试验溶液的制备

制备试验溶液的同时,以同样试剂、同样用量和同一方法制备空白试验溶液,稀释至同体积。用移液管移取与测定试验溶液同体积的空白试验溶液进行空白试验。

3.6.4 工作曲线的绘制

3.6.4.1 系列汞标准工作溶液的配制

在每一次测定之前,用汞标准溶液 I、汞标准溶液 II 和汞标准溶液 III,配制 5 个汞标准工作溶液,其质量浓度范围应覆盖待测试验溶液中汞的质量浓度。

3.6.4.2 光谱测量

打开仪器,并将仪器性能调至最佳状态,用移液管分别移取系列汞标准工作溶液(3.6.4.1)各 5 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,并立即盖紧还原瓶,通入载气,从仪器读数显示的最高点测得其吸收值。

3.6.4.3 工作曲线绘制

从每个标准参比液的吸收值中减去空白试验溶液的吸收值,以汞质量为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

3.6.5 试样测定

用移液管分别移取试验溶液(3.6.2)和空白试验溶液(3.6.3)各 5 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,以下按 3.6.4.2,从“分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,……”开始进行操作,测得其吸收值。

注:每次测定以后用水彻底清洗粘在石英管上的 SnCl_2 ,必要时可用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液(5 g/L)清洗一次石英管,再用水洗净。

3.7 结果计算

从 3.6.4.3 工作曲线上查出所测试液和试剂空白溶液的汞含量,按照与被测试样有关的计算公式进行计算。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值在有关产品标准中规定。

3.8 重复性和再现性

九个实验室对三种汞含量水平的氯化钡、氢氧化钠、亚硝酸钠进行比对实验，统计结果见表 1。

表 1 重复性和再现性

项目	氯化钡			氢氧化钠			亚硝酸钠		
平均值/(ng/mL)	2.06	17.54	44.66	1.46	20.56	42.64	2.88	22.26	45.22
重复性(r)	0.28	1.77	3.82	0.20	2.27	3.53	0.38	2.21	3.67
再现性(R)	0.51	3.42	8.58	0.40	3.99	8.50	0.68	4.73	9.38
注：重复性=(标准偏差/平均值)×100。									



附 录 A
(资料性附录)
测汞仪工作条件

表 A.1 给出了测汞仪的工作条件。

表 A.1 测汞仪工作条件一览表

项目	要求	项目	要求
波长	253.7 nm	灯电流	5 mA
狭缝高度和宽度	2.5 mm/0.5 mm	燃烧器高度	6 mm
载气	高纯氩气或氮气	载气流量	5.5 mL/min
积分时间	0.1 s	反应时间	75 s
注：目前使用无火焰原子吸收光谱法测定汞含量的仪器差别很大,无法建立一个在所有仪器上均能获得满意结果的全面方法,应参考所用仪器有关说明对本标准进行必要的修改使其适合所用仪器。			

附 录 B
(资料性附录)
干扰及消除方法

碘离子浓度大于 3.0 mg/L 时明显影响测定结果的精密度和回收率,可通过稀释试验溶液降低碘离子浓度消除干扰。
