

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 汞的测定
冷原子吸收光度法

CJ/T 68—1999

Municipal sewage—Determination of mercury
—Cold atomic absorption photometry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用冷原子吸收光度法测定城市污水中的汞。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中汞含量的测定。

1.1 测定范围

本方法测定汞的浓度范围为 0.000 1~0.010 mg/L, 低于 0.000 1 mg/L 时要进行富集后测定。

2 方法原理

用硝酸、硫酸和过量的高锰酸钾将样品消解, 使汞全部转化为二价汞, 多余的高锰酸钾用盐酸羟胺还原, 然后用氯化亚锡将二价汞还原成原子汞, 在 253.7 nm 波长处进行测定。

3 试剂和材料

除另有规定外, 均使用分析纯试剂和去离子水。

3.1 硫酸(H_2SO_4 , $\rho=1.84$ g/mL), 优级纯。

3.2 硝酸(HNO_3 , $\rho=1.40$ g/mL), 优级纯。

3.3 盐酸(HCl , $\rho=1.19$ g/mL), 优级纯。

3.4 5%(m/V)高锰酸钾溶液

取 50 g 经重结晶处理后的高锰酸钾(KMnO_4), 用水溶解后稀释至 1 000 mL。

3.5 10%(m/V)盐酸羟胺溶液

称取 10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), 用水溶解, 稀释至 100 mL, 通入纯氮气以驱除微量汞。

3.6 20%(m/V)氯化亚锡溶液

取 20 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中, 加入 20 mL 盐酸(3.3), 加热至完全溶解, 用水稀释至 100 mL, 通入纯氮气, 驱除微量汞。

3.7 0.05%(m/V)重铬酸钾溶液

称取 0.5 g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 优级纯), 溶于 1 000 mL 5%(V/V)硝酸溶液中。

3.8 汞贮备溶液: 100 mg/L

称取经充分干燥过的氯化汞(HgCl_2) $0.135 4 \pm 0.000 2$ g, 用重铬酸钾溶液(3.7)溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 再用此溶液稀释至标线。

3.9 汞标准溶液: 0.1 mg/L。

准确吸取一定量的汞贮备溶液(3.8)用重铬酸钾溶液(3.7)逐级将此溶液稀释而成。用时现配。

4 仪器

测汞仪。

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

所用的玻璃器皿均需用 50%(V/V)硝酸浸泡,用水洗净。

5 样品

5.1 用内壁光滑的聚乙烯瓶采样,采样瓶经洗涤剂洗净后,用 50%(V/V)硝酸浸泡,再用水洗净。

5.2 样品采集应充满容器,立即在每升样品中加入 10 mL 浓硫酸(3.1),然后加入 0.5 g 重铬酸钾,使样品保持淡橙色,如橙色消失应添加,密闭后存放阴凉处,可保存一个月。

6 分析步骤

6.1 空白试验

取与试料等量的去离子水,按 6.2.1 及 6.2.2 步骤随同试料做空白试验。用所得吸光度查得空白值。

若空白值超出置信区间时应检查原因,空白值置信区间可按 CJ 26.25—91 附录 B 确定。

6.2 测定

6.2.1 消解

量取实验室样品 10~50 mL 作为试料,移入 50 或 100 mL 比色管中,依次加入 1 mL 硝酸(3.2), 2.5~5.0 mL 硫酸(3.1),摇匀,加 5 mL 高锰酸钾溶液(3.4),摇匀,置于 80℃左右水浴中,每隔 10 min 振摇一次,如发现高锰酸钾褪色,需继续添加,始终保持消解液呈紫红色。消解 1 h 后取下冷却,临近测定时,边摇边滴加盐酸羟胺溶液(3.6)使消解液褪色,用水定容至 50 或 100 mL,取 10 mL 移入测汞仪的汞蒸气发生瓶。

6.2.2 吸光度测量

向汞蒸气发生瓶中,加入 1 mL 氯化亚锡溶液(3.6),测定吸光度。

6.2.3 确定汞含量

从测得的吸光度扣除空白吸光度后,在工作曲线上查出样品的含量。

6.3 工作曲线的绘制

分别取汞标准溶液(3.9)0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入约 50 mL 水,加 1 mL 硝酸(3.2),5 mL 硫酸(3.1),摇匀,再加 5 mL 高锰酸钾溶液(3.4)摇匀,放置数分钟,滴加盐酸羟胺使溶液的紫红色褪去,定容至 100 mL。取 10 mL 注入汞蒸气发生瓶中,加入 1 mL 氯化亚锡溶液(3.6),逐个测量吸光度,分别扣除零标准的吸光度,绘制吸光度对汞含量(mg/L)的工作曲线。

7 分析结果的表述

汞的浓度 c (mg/L)按下式计算:

$$c = c_1 \times \frac{V_0}{V}$$

式中: c_1 ——工作曲线上查得的浓度,mg/L;

V ——试料体积,mL;

V_0 ——消解后定容体积,mL。

8 精密度

污水样品中加 0.005 mg/L 的汞标准溶液,6 次测定的回收率为 96.3%~100.3%,相对标准偏差为 5.2%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人李允中、张开富。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。