

# 荧光灯含汞量检测的样品制备

GB/T 231 13—2017 2017年11月1日

荧光灯含汞量检测的样品制备

## 1 范围

本标准规定了几种用于检测荧光灯含汞量的样品制备方法。

本标准适用于检测荧光灯（包括单端、双端、自镇流和冷阴极荧光灯）灯管中汞含量（0.1mg 或更多）但不适用于寿终的灯。

本标准不包括全部测量信息，详细测量部分在 IEC 62321-4 中说明。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水（ISD 3696:1 987, MOD）

GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求（ISO/IEC 17025:2005, IDT）

IEC 62321-4:2013 使用 CV-AASXV-AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定聚合物、金属和电子材料中的汞（Determination of certain substances in electrotechnical products—Part4:Mercury in poly-mers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-QES and ICP-MS）

## 3 概述

荧光灯中的汞以下面几种状态存在：

- a) 灯中的气态；
- b) 液态金属；
- c) 化合物；
- d) 合金。

由于含汞装置的外形、位置及装置的组成和结构的不同，有多种定量注汞

方案。尽管有些荧光灯以汞齐或固态汞合金的方式注汞，也有许多灯中注入的是液态汞。

汞齐灯中经常会有充当辅助汞齐的装置，这些装置的形状和放置位置非常多样化。

冷端将开管时蒸汽态汞的损失降至最低的说明参见附录 A。灯在工作状态下，灯管中所有汞将富集于冷端，这将有利于控制汞的回收。

以下第 4 章的程序中包含收集液态汞、化合态汞、汞合金和汞齐的方法。

测试液态汞、化合态汞、汞合金和汞齐来获得总的汞含量。

通过对测得样品溶液中汞的浓度、溶液定容体积和稀释因子进行计算得到含汞量。

汞含量检测不包括寿终的灯，因为灯在使用中汞逐渐扩散到玻璃壁内并发生反应。本标准中的测试方法不能回收已经扩散到玻璃管内壁或已发生反应或与灯管内壁不可逆地成为一体的汞。

#### 4 从荧光灯中收集汞的程序

##### 4.1 概述

测试的流程和环境条件，应符合 GB/T27025—2008 的相关要求。

警告——使用本标准的入员应熟悉正规的实验室操作。本标准不对可能涉及到的安全问题进行单独说明。标准的使用者有责任建立适当的安全和健康措施以避免环境污染和确保符合国家的要求。

##### 4.2 试剂

实验用水：GB/T6682 中规定的一级水；

下列试剂中的汞质量分数应小于  $1 \times 10^{-9}$ ：

——5%高锰酸钾溶液（质量体积比）

——硝酸： $\rho = 1.4 \text{ g/mL}$ ，65%（质量分数）；分析纯及以上；

——盐酸： $\rho = 1.16 \text{ g/mL}$ ，37%（质量分数）；分析纯及以上；

——氢氟酸： $\rho = 1.18 \text{ g/mL}$ ，40%（质量分数）分析纯及以上。

##### 4.3 化学实验器皿

应确保化学实验器皿不吸附汞。

化学实验器皿包括：

——（一次性）真空滤器和中速滤纸；

—(一次性)带旋盖的广口塑料瓶: 25mL, 250mL, 500mL, 1000mL, 2000mL;

——一次性广口塑料袋: 00mL, 1000mL;

—烧杯: 50mL, 100mL, 250mL, 500mL;

—容量瓶: 50mL, 100mL, 250mL, 500mL;

——吸液管;

—药匙;

——塑料内衬的实验工作台面。

注: 塑料袋可以是干净的聚乙烯或类似的防化学物质和酸的材料, 通常厚度在 0.01mm。合适的 1000mL 塑料袋是 200mmX300mm。生物实验室有一种“搅拌袋”或“胃袋”。袋子大小可以调整到适合被测灯的大小。

#### 4.4 样品制备

样品制备过程中的操作应是连续的, 不应有过多的中断。

##### 4.4.1 冷端法

###### 4.4.1.1 概述

冷端法是一种在局部冷凝自由汞的方法(参见附录 A)

当低压放电管在正常条件下处于“ON”状态, 同时放电管的一个小区域(冷端)持续处于低温状态时, 汞将在此位置凝出。冷凝过程中应观察不到严重的灯管变黑现象。

当自由汞被完全收集后, 灯的光输出将显著下降, 放电管的颜色将转变为粉红色, 自由汞凝出(冷端)过程完成。

###### 4.4.1.2 自镇流和单端紧凑型荧光灯的冷端制备

放电管(灯管)的切割操作应在广口塑料瓶的瓶口上方进行以减少材料的损失。

使用以下的样品容器:

——容器 1: 250mL 广口旋盖塑料瓶, 用于盛放冷端部分;

——容器 2: 25mL 广口旋盖塑料瓶, 用于盛放灯管两端(电极端);

——容器 3: 500mL 或 1000mL 广口旋盖塑料瓶, 使用最适合被测灯管尺寸的用于盛放灯管剩余的玻璃部分。

样品制备按照以下的操作步骤进行:

- a) 如果外部有泡壳，将灯管与泡壳拆分开。
- b) 用化学试剂擦拭灯管使其干净。
- c) 用非破坏性的方式在灯管上作标记，作为第一部分。在冷端两边各 3cm 处作标记。
- d) 用冷端收集自由汞—见 54. 1. 1—直至确认自由汞已消耗殆尽。
- e) 从冷凝器上取下灯。将灯保持在冷凝时的位置直至开始截管。
- f) 将灯放在铺有实验室用塑料膜的切割工作台上，将塑料面向上，朝向灯。
- g) 在最初的标记处划痕并在划痕处断开灯管，使拱形管内缓慢的充满空气以避免覆在灯管内壁的荧光粉被吹掉。
- h) 先在容器 1 中加入约 25mL 硝酸 (1:1) (体积比) 在第一个标记处断开灯管，迅速将冷端放入容器 1 中，轻轻晃动容器 1 使硝酸完全浸湿淹没灯管冷端。保持容器 1 在碎冰中直到消解结束。

在进行下一步之前等待 5min 使浮尘沉淀下来。按 55. 2 对容器 1 的样品进行消解。
- i) 下一步，将灯管与塑料件及电子器件分离。在尽可能靠近灯管的位置剪断灯管与塑料件和电子器件间的连接线，只有灯管用于含汞量检测。
- j) 对所有排气管 (tipoffs) 划痕并使其断裂，打开检查金属部分，用钳子将排气管压碎后放入容器 2 中。
- k) 从距离灯管末端约 7mm 处对有连接线的两个灯管端划痕。预先对步骤 n) 将要处理的灯管片断划痕，用尽可能少的片断以便适合盛放在容器 3 中。
- l) 在划痕处用热棒或热的金属丝割下含连接线的灯管端。
- m) 检查灯管末端的所有玻璃并用钳子轻轻将它们放入容器 2 中，应谨慎操作以避免钳子碰到玻璃上的物质。将灯管的末端包括所有金属部分都放入容器 2 中，盖上盖子。
- n) 在步骤 k) 做好的划痕处用热棒或热的金属丝割将灯管断开。
- o) 将灯管碎片放入容器 3。
- p) 检查工作台面，将上面的所有材料都放入容器 3 中，然后盖好容器 3 的盖子。
- q) 振荡容器 3 使灯管成为碎片，应保持 5min 待漂浮的尘埃沉淀后再继续下

一步操作。

样品已准备好，立即转到 45 进行样品消解。

#### 4.4.1.3 直管荧光灯的制备——冷端法

样品容器包括：

——容器 1:250mL 或 500mL 广口旋盖塑料瓶，用于盛放冷端部分；

——容器 2:125mL 广口旋盖塑料瓶，用于盛放灯管两端（电极端）

——容器 3:250mL、500mL、10(X)mL、或 2000mL 广口旋盖塑料瓶，从中选择最适合被测灯管尺寸的用于盛放灯管剩余的玻璃部分。

样品制备应按照以下的操作步骤进行：

a) 如果外部有防碎保护罩，将灯管与保护罩拆分开。

b) 用非破坏性的方式在灯管上作标记，作为第一部分。从距离有标签的一端 12cm 处作标记用作最初的切口，在冷端两边各 6cm 处标记。

c) 用冷端收集自由汞-见 4.4.1.1-直至确认自由汞已消耗殆尽。

d) 从冷凝器上取下灯。保持灯处于水平，直至开始截管。

e) 将灯放在铺有实验室用塑料膜（Benchcoat）的切割台上，将塑料面向上，朝向灯。

f) 在最初的标记处划痕并在划痕处断开灯管，使电弧管内缓慢地充满空气以避免覆在灯管内壁的荧光粉被吹掉。

g) 在剩余的两个标记处划痕并将灯管断开。将冷端（12cm）迅速放入容器 1 中，盖好盖子，摇晃容器 1 使玻璃管破碎，将容器 1 放入碎冰中直至消解，应保持 5min 待漂浮的尘埃沉淀后再继续下一步操作，立即转到 4.5.2 对容器 1 进行样品消解。

h) 下一步，拆分灯管与塑料件及电子元器件。在尽可能靠近灯管的位置剪断灯管与塑料件和电子器件间的连接线，只有灯管用于含汞量检测。

i) 从距离灯管末端约 7mm 处对有连接线的两个灯管端划痕。预先对将要处理的灯管划痕，用尽可能少的部分来适合容器 3 盛放。

j) 在用热棒或热的金属丝割将灯管两端断开，划痕并断开电极端（tip of S）检查金属部分。用钳子将电极端剪碎后放入容器 2 中，检查灯管末端的所有玻璃并用钳子轻轻将它们放入容器 2 中，应谨慎操作以避免钳子碰到玻璃上的物质。将灯管的末端包括所有金属部分都放入容器 2 中，盖上盖子。

- k) 在步骤 i) 做好的划痕处用热棒或热的金属丝割将灯管断开。
- l) 将灯管碎片放入容器 3 中。
- m) 检查工作台面，将上面的所有材料都放入容器 3 中，然后盖紧容器 3。
- n) 振荡容器 3 使灯管成为碎片，应保持 5min 待漂浮的尘埃沉淀后再继续下一步操作，样品已准备好，立即转到 4.5 进行样品消解。

#### 4.4.2 荧光灯样品制备方法——非冷端法

样品容器包括：

——容器 1: 500mL 或 1000mL 广口旋盖塑料瓶，根据被测放电灯管的尺寸，选择最适合的塑料瓶用于盛放灯管的玻璃部分；

——容器 2: 25mL 广口旋盖塑料瓶，用于盛放灯管两端（电极端）。

样品制备应按照以下的操作步骤进行：

- a) 如果外部有泡壳，将灯管与泡壳拆分开；
- b) 将灯管与塑料件及电子器件分离。在尽可能靠近灯管的位置剪断灯管与塑料件和电子器件间的连接线，只有灯管用于汞含量检测；
- c) 用化学试剂擦拭干净灯管；
- d) 将灯放在铺有实验室用塑料膜的工作台面上，将塑料向灯的方向折起；
- e) 从距离灯管末端约 7mm 处对有连接线的两个灯管端划痕。预先对将要处理的灯管划痕，用尽可能少的部分来适合容器 1 盛放；
- f) 选择不含金属部件的一端，划痕并在划痕处断开灯管，使拱形管内缓慢的充满空气以避免覆在灯管内壁的荧光粉被吹掉。将这一端用钳子剪断后放入容器 2 中；
- g) 划痕并断开所有的排气管并检查金属部分。用钳子将排气管剪断后放入容器 2 中；
- h) 用热棒或热的金属丝割在划痕处断开含连接线的灯管末端；
- i) 检查灯管末端的所有玻璃并用钳子轻轻将它们放入容器 2 中，应谨慎操作以避免钳子碰到玻璃上的物质。将灯管的末端包括所有金属部分都放入容器 2 中；
- j) 在步骤 e) 做好的划痕处用热棒或热的金属丝割将灯管断开；
- k) 将灯管部分放入容器 1 中；
- l) 检查塑料膜，将上面的所有材料都放入容器 1 中，然后盖好容器 1 的盖

子；

m) 振荡容器 1 使灯管成为碎片。应保持 5min 待漂浮的尘埃沉淀后再继续下一步操作。

样品已准备好，立即转到 4.5 进行样品消解。

#### 4.4.3 荧光灯的样品制备—非冷端法（直接破碎法）

样品制备应按照以下的操作步骤进行：

a) 将灯管与塑料件及电子元器件分离。在尽可能靠近灯管的位置剪断灯管与塑料件和电子器件间的连接线，只有灯管用于含汞量检测；

b) 清洁灯管除去各种尘物；

c) 使用钳子打开荧光灯一端的排气管，让空气进入灯管内。把破碎的排气管放入塑料袋中；

d) 向灯管内注入少量（大约 3mL）去离子水，润湿灯管内壁的荧光粉。这将防止当灯管被敲碎成碎片时附着在干燥荧光粉上的汞的损失；

e) 如果荧光灯是小的紧凑型（多管的单端荧光灯），把整个灯管放进广口的厚塑料袋中。折上塑料袋开口使之临时密封。使用锤子小心敲打袋子外壁，使灯管成为碎片；

f) 如果荧光灯是线型，把灯管的第一部分放在广口的厚塑料袋中。用锤子小心敲打袋子外壁打碎灯管，同时不断把尚未破碎的灯管推进塑料袋中，直到所有线型灯管都在袋内。折上塑料袋的开口使之临时密封。使用锤子小心敲打袋子外壁，使灯管成为碎片；

g) 把塑料袋中的样品都倒入 4.42 一个合适大小的容器 1 中；

用少量的去离子水清洗塑料袋的内壁。这可以通过剪开塑料袋的密封底部，并将内容物直接冲洗直装有破碎灯管的容器中。

样品已准备好，立即按照 4.5.2 进行样品消解。如果按照 4.5.2 消解后还有不溶的金属，则按照 4.5.3 来溶解。

#### 4.4.4 直管荧光灯的样品制备——硝酸清洗法

容器 1: 50mL 或 100mL 塑料烧杯，用于盛放灯管两端的电极端。

容器 2: 250mL 塑料烧杯。

样品制备应按照以下的操作步骤进行：

a) 如果外部有保护罩，将灯管与其保护罩拆分开。

b) 将灯管与塑料件及电子元器件（包括灯帽）分离。在尽可能靠近灯管的位置剪断灯管与塑料件和电子器件间的连接线。只有灯管用于汞含量检测。

c) 小心地打开排气管，压碎后收集放入容器 1 中，用不带针头的注射器向灯管内注入占灯管内 1/30 体积的浓硝酸。也可以使用以下的替代方法注入硝酸。把一根塑料管的一端连接排气管，另一端放在一个盛有适当体积硝酸的容器中。使用一对镊子小心断开塑料管内的排气管，灯管内的负压将使酸液虹吸至灯管内。

注 1: 例如，合适的塑料管是内径 48mm、外径 7.9mm、长 30cm 的聚乙烯或者 PVC 管。

d) 将灯放至近似水平位置，转动灯管使酸接触到灯管的所有内表面。将灯垂直放置 15min。重复该操作至少 3 次。

e) 用热的金属丝或金刚石笔，从灯管上打开排气管的一端截取约 2cm 长的一段，将其（包括其中包含的部件）放入容器 1 中。

f) 将灯管内的浓硝酸轻轻转移到容器 2 中，用水冲洗灯管内壁并将冲洗液转移到容器 2 中，至少冲洗 5 遍。

g) 用热的金属丝或金刚石笔，从灯管的另一端截取约 2cm 长的一段，用钳子剪碎排气管将其放入容器 1 中，将 2cm 灯管的其余部分也放入容器 1 中。在容器 1 中加入一定量的浓硝酸并放置至少 15min。

h) 将容器 1 中的浓硝酸轻轻转移到容器 2 中去，用水冲洗容器 1 并将冲洗液转移到容器 2 中，至少冲洗 3 遍。

i) 将容器 1 中的所有玻璃部件转移到容器 2 中去，保留金属部件在容器 1 中。

j) 容器 1 按照 4.5.3 进行金属样品的消解。

k) 容器 2 按照 4.5.2 b) 进行玻璃样品的消解。

立即转到 4.5 进行样品消解。

#### 4.4.5 汞的直接检测

该方法适用于小直径荧光灯（如冷阴极荧光灯）。样品制备可以按照以下的操作步骤进行：

a) 从靠近玻璃密封处剪断连接线。去掉 EEFL 的外置电极。只有灯管用于汞含量检测；

b) 用化学试剂擦拭灯管使其干净；

c) 在靠近灯管两端的位置划痕并打开灯管。将灯管分成 10mm 长的片断，将灯管的片断放入石英舟中。

注 2: 在石英舟内小心谨慎地打开样品，避免汞扩散。

样品已经准备好，用电热气化原子吸收光谱仪进行测试。

#### 4.4.6 其他荧光灯的样品制备

对于其他不同形状的荧光灯，自镇流荧光灯按照 4.4.1.2 处理，非自镇流荧光灯按照 4.4.1.3 处理。4.5 样品消解 4.5.1 环境条件样品消解在室温下进行。

#### 4.5.2 玻璃样品（在 250mL、500mL、1000mL 或 2000mL 容器中）

样品已按照 4.4.1.2h)、4.4.1.2q)、4.4.1.3g)、4.4.1.3n)、4.4.2k)、4.4.3h) 和 4.4.4

k) 制备好。以下试剂用量适用于 250mL 瓶子内的样品，对于 500mL、1000mL、2000mL 瓶子内的样品只需适当扩大 (X, 4X, 8X) 每种试剂的用量即可。

样品消解应按照以下的操作步骤进行：

a) 加入约 40mL 硝酸 (1:1) 体积比) mL, 混匀；

b) 加入 0.25mL 5% 高锰酸钾，在通风橱内放置 16h (过夜)。

注：为加快反应速度，允许将溶液在电热板上加热至 80° C，直至灯管玻璃上的荧光粉都掉下来。

#### 4.5.3 金属样品（在 125mL 容器中）

样品已按照 4.4.1.2m)、4.4.1.3j)、4.4.2.i) 和 4.4.4j) 制备好。样品消解应按照以下的操作步骤进行：

a) 加入 3mL 浓盐酸和 1mL 浓硝酸；

b) 如果除钨丝外消解不完全，加入 2mLHF, 金属全部溶解后，加入 20mL 硝酸、10mL 水，混匀；

c) 加入 0.25mL 5% 高锰酸钾，在通风橱内放置 16h (过夜)。

注：为加快反应速度，允许将溶液在电热板上加热至 80C，直至完全消解。

#### 4.6 过滤

消解后的样品全部经过滤后转移到同一个 250mL (500mL, 1000mL 或 2000mL) 容量瓶中。使用过的过滤用品不可再次使用。

#### 5 测试 5.1

##### 空白测试

测试样品前, 先进行空白测试, 以确认空白值对样品的测试值无影响。

##### 5.2 数据报告

每份提取液应重复测试 3 次, 报告平均值, 95%置信区间。

汞含量测试值保留 2 位有效数字。

##### 5.3 分析测试

分析测试程序应按照 IFC62321-4 的要求进行。

对于 4.4.5 样品制备方法, 使用电热蒸汽原子吸收光谱法 (参见附录 B)。

## 附录 A

### (资料性附录)

#### 冷端法的相关信息

##### A. 1 冷端法收集单端或双端荧光灯中汞的概述

###### A. 1. 1 冷端法收集汞

冷端是指在荧光灯上被冷却到大约摄氏  $0^{\circ}\text{C}$  的一个特定区域。汞趋向于聚集到灯管内的最冷部位。

将汞收集到冷端的程序完成后，灯管中不再有自由汞，因此不再发出紫外光。灯的光输出变弱成为典型的粉色光，灯的这一状态被称作暗燃态，当观察到暗燃态状态时几乎所有的自由汞已被收集到冷端。

###### A. 1. 2 双端荧光灯

双端荧光灯通过冷凝系统制造出冷端。冷凝系统是使水和乙醇的混合物在大约摄氏  $0\text{C}$  时通过玻璃槽，环形玻璃槽则紧紧套住灯管。

###### A. 1. 3 单端荧光灯

单端荧光灯通过铜棒制造出冷端，铜棒与灯的表面紧密接触，铜棒则与双端灯使用过的相同或类似的玻璃槽和冷凝系统连接在一起（见 A. 1. 2）。

###### A. 1. 4 概述

通常取双端灯中部作为收集汞的部位（冷端），单端灯则取在其某一根玻璃管的中部。冷端收集自由汞时，应将灯放置在合适的控制装置上操作。

冷端面积的大小与灯的大小有关。典型的  $120\text{cm}$  的荧光灯的冷端长度为  $10\text{cm}$ ，更小一些的荧光灯有必要减小冷端的面积。玻璃片段的最终转移比冷端大小更重要。

###### A. 1. 5 液氮处理冷端

尽管富集过程结束后唯一应做到的是使冷端保持在冷的状态，但依靠液氮会使收集活动更有保障，做法是用棉絮将冷端表面紧密地包裹起来，液氮湿透棉絮  $10\text{min}$ 。该项处理完成后，便已做好切割灯的准备。

###### A. 1. 6 移取冷端

最好使富集汞的冷端远离电极区域，这会使收集冷端时在电极区域与冷端中心之间有足够的富余。听到细微的噼啪声后空气冲入玻璃灯管，表明可以切割剩余灯管。

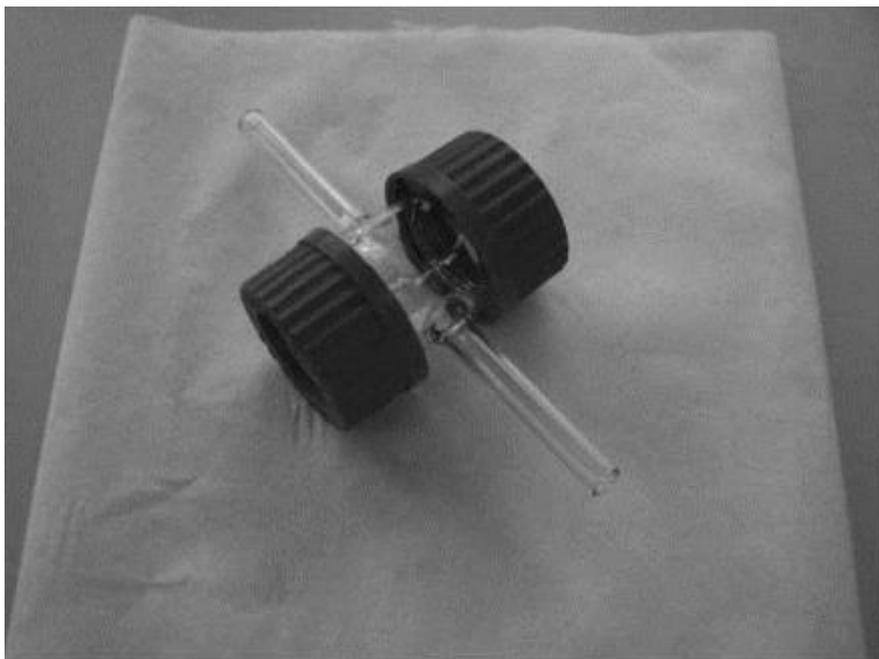
## A. 2 将自由汞富集到冷端的详细操作程序

### A. 2. 1 双端荧光灯

样品制备应按照以下操作步骤进行：

a) 测量荧光灯的长度并在中间位置进行标记。

b) 将玻璃槽（如图 A. 1）放置在中间标记处。确保玻璃槽非常适合地紧紧包裹住荧光灯。



图A. 1 玻璃槽

c) 用塑料软管将玻璃槽连接到制冷装置上。启动制冷装置，通过塑料软管给玻璃槽持续输入 0°

c 左右的水-乙醇冷却液。

d) 然后，将连有上述玻璃槽的灯转移到照明架上。

e) 连接制冷装置确保水-乙醇冷却液连续流过玻璃槽。

f) 正确选择控制装置将灯点亮使自由汞开始富集在冷端。

g) 当灯变暗时，关闭冷却装置并将玻璃槽同冷却装置分开。

h) 用毛巾将整个灯擦干，并迅速将冷端用棉絮包裹并用液氮冷却 10min。

i) 然后将此灯转移到通风橱中。

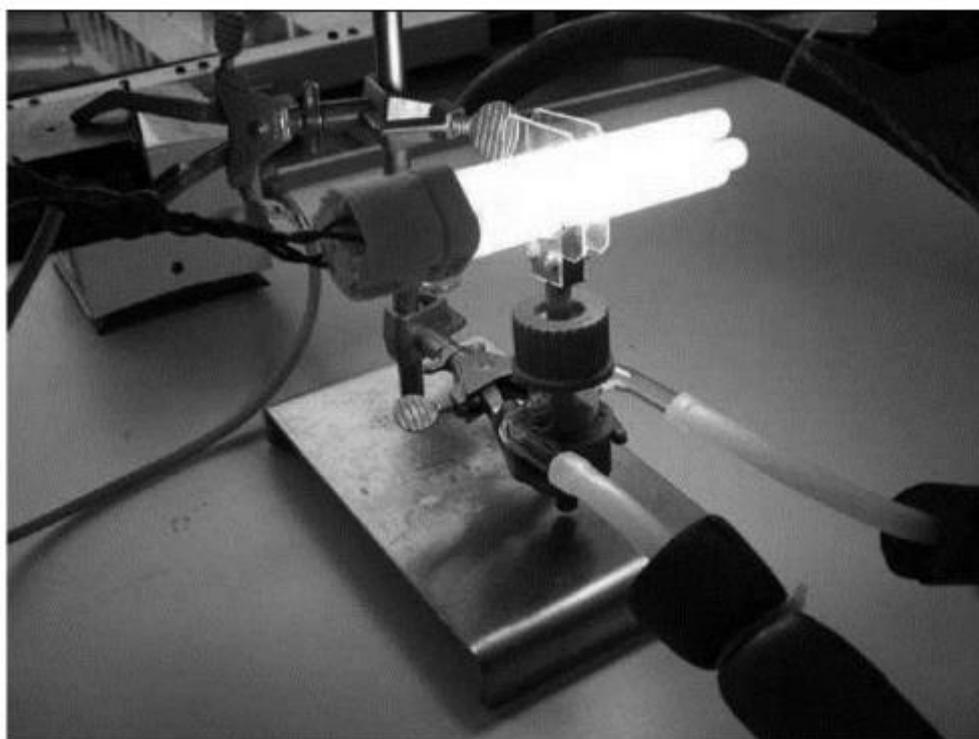
j) 通过切开冷端两边来移取冷端部分。将灯冷端部分的左右两端分别进行切割，为保证汞原子最大程度的保留，切割动作尽可能迅速，要用合适的切割

工具进行切割。首先，在冷端两边作出划痕使玻璃壳破裂，一旦玻璃管内气压同外界大气压平衡后，便可将灯打开。将冷端部分的玻璃片断迅速转移到容器中用于进一步分析。

#### A. 2. 2 单端荧光灯

样品制备应按照以下操作步骤进行：

- a) 对荧光灯某一根管的中部进行标记。
- b) 将冷却装置（铜棒+玻璃槽，如图 A. 2）放置在荧光灯的标记位置。
- c) 将连有制冷装置的荧光灯放置在支架上。
- d) 用塑料软管将玻璃槽连接到制冷装置上，制冷装置通过塑料软管向玻璃槽输入  $0^{\circ}\text{C}$  左右的水-乙醇混液对其进行冷却。
- e) 连接制冷装置确保水-乙醇冷却液连续流过玻璃槽。
- f) 正确选择控制装置将灯点亮使自由汞开始富集在冷端。
- g) 当灯变暗时，关闭冷却装置并将玻璃槽同冷却装置分开。
- h) 将仍与荧光灯连接的冷却装置放入液氮中冷却 5min。
- i) 将灯转移至通风橱内。



图A. 2 冷却装置

j) 通过切开冷端两边来移取冷端部分。将灯冷端部分的左右两端分别进行切割，为保证汞原子最大程度的保留，切割动作尽可能迅速，要用合适的切割工具进行切割。首先，在冷端两边作出划痕使玻璃壳破裂，一旦玻璃管内气压同外界大气压平衡后，便可将灯打开。将冷端部分的玻璃片断迅速转移到容器中用于进一步分析。

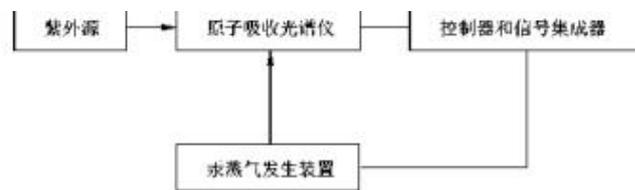
## 附录 B

### (资料性附录)

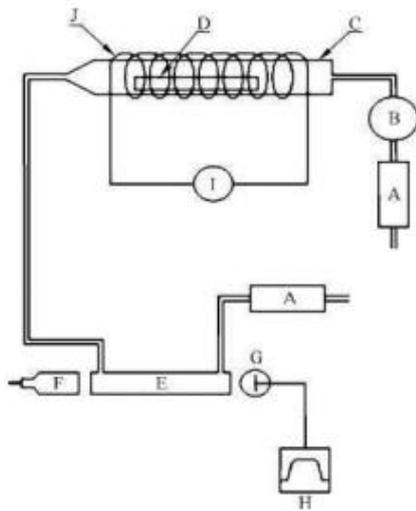
#### 电热气化原子吸收光谱法 (EVAAS)

##### B.1 电热气化原子吸收光谱仪

汞蒸气的发生装置通过加热破碎的灯管使汞气化, 随这些汞蒸气被引入到原子吸收光谱仪中检测汞的总含量, 原子吸收光谱仪在其检测的线性范围内应保持线性。控制器监测导入光谱仪的汞蒸气对紫外光的吸收, 控制发生器的温度使其吸收不会超过光谱的线性范围, 发生器可将整个加热阶段的紫外吸收信号累加起来。



图B.1 电热气化原子吸收光谱仪测试设备结构



说明:

- A - 载气传输装置;
- B - 空气泵;
- C - 石英加热管;
- I) - 石英舟;
- E - 石英吸收池;
- F - 汞灯;
- G - 原子吸收检测器;
- H - 积分器;
- I - 能量控制元件;
- J - 加热器。

图B.2 电热气化原子吸收光谱仪测试设计图举例

##### B.2 试剂

B.2.1 水: 在整个试验过程中应使用离子交换水或蒸馏水。

B.2.2 汞标准溶液: 汞的纯度应该大于 99%, 在水中稀释配置成标准溶液。

图 B.1 是 EVAAS 的测试图, 图 B2 举例说明了 EVAAS 的仪器测试设计图。

B.2.3 应使用粒径范围在  $40\mu\text{m} \sim 200\mu\text{m}$  的粒状或粉末状氧化铝。

## B. 3 测试

### B. 3.1 样品测试

将石英舟插入电热原子吸收光谱的石英加热管中，打开加热器、控制器、积分器，开始测试。一旦开始加热，就要对原子吸收光谱仪产生的紫外吸收信号进行集成（积分）检测汞浓度时应控制加热器使温度保持在 240° C 或更高，继续加热并集成信号直到无汞蒸气产生。

注：有时样品可能突然产生大量的汞以致超过原子吸收光谱的浓度测定范围。如果此类情况发生，可能会使测试结果偏低。

### B. 3.2 标准曲线

仪器的校准曲线在 0.01mg ~ 20mg 的范围内应呈线性。使用汞的醋酸盐标准溶液来绘制标准曲线（汞的醋酸盐标准溶液应有标准物质证书或可以溯源）在石英上放一层活性氧化铝，用微型移液器向活性氧化铝表上滴加适量的标准溶液。当石英舟插入电热气化原子吸收光谱仪的石英加热管中时立即开始测试，使温

度保持在 360C。通过从标准溶液中挥发的汞含量和测试集成得到的紫外吸收信号之间的关系绘制校准曲线。