

ICP-AES 法测定荧光灯中的汞含量

ICP-070

摘要：参考《GB/T 23113 荧光灯汞含量的测定方法》标准，采用电感耦合等离子体发射光谱法测定了双端型荧光灯中的汞含量。实验结果表明，该方法线性范围宽，线性相关系数 >0.99990 ，精密度高， $RSD < 0.50\%$ ，可满足节能减排和重金属污染综合防治“十二五”规划的荧光灯中汞含量的测定要求。

关键词：环境保护 污染 荧光灯 重金属 汞

荧光灯的发光原理决定了灯管中必须含有少量汞蒸气。汞是有毒有害的重金属元素，荧光灯废弃后难以有效回收，汞外泄既污染环境又威胁人体健康。欧美等发达经济体已提出降低荧光灯含汞量的要求。欧盟 2010 年发布指令规定，从 2013 年起紧凑型荧光灯（功率小于 30 瓦）含汞量不得超过 2.5 毫克；美国相关行业标准中要求紧凑型荧光灯（功率小于 25 瓦）含汞量不超过 4 毫克。我国是荧光灯的生产和出口大国，荧光灯行业发展面临减少汞用量的巨大压力。减少生产过程汞排放并逐步降低荧光灯含汞量，是保护环境、维护人体健康的需要，也是促进产业转型升级，实现可持续发展的必然要求。

本文参考《GB/T 23113 荧光灯汞含量的测定方法》标准，采用标准加入法消除荧光粉基质干扰，建立了荧光灯中汞含量的测定方法。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 和 HCl 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

测量荧光灯中汞的总量，即测量金属态汞、氧化态汞和汞齐的量。以双端型荧光灯为例。

1.3.1 打碎双端型灯管在烧杯中消解汞

- 1) 用刀去掉灯头和焊泥。
- 2) 用挫刀在靠近灯头部位划出锉痕。
- 3) 把灯管一端在厚的塑料袋里打碎，使灯管漏气至大气压压力。
- 4) 用水润湿灯管内部的所有地方，以防打碎灯管时溅出柔和荧光粉。将这些水收集到烧杯里。
- 5) 把灯管的碎片移入烧杯，并用水涮洗塑料袋内部。
- 6) 烧杯中加入约 30 mL (1+1) 浓度的硝酸。用吸液管冲洗灯管碎片，直到再没有荧光粉从碎片上掉下。在电热板上（或其他加热装置）加热烧杯，保持温度在 80°C 至少 1 h。

7) 等样品溶液冷却到室温后，用滤纸过滤，移入 100 mL 容量瓶中。

1.3.2 双端型荧光灯中汞齐的消解

- 1) 将汞齐放在烧杯中，加入 10 mL 王水；
- 2) 加热至 80°C ，保持 90 min；
- 3) 当样品溶液冷却至室温后，用滤纸过滤溶液，并移入 1.3.1 步骤 8 中的 100 mL 容量瓶中。去离子水淋洗滤纸各处，最后向容量瓶中加入 1~2 滴高锰酸钾，定容至刻度作为待测溶液。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

2.1 标准曲线配制

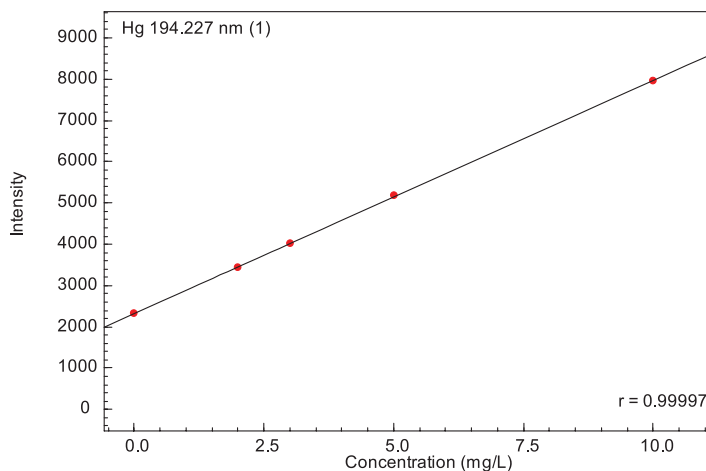
为避免荧光粉基质干扰，分别移取 10 mL 待测溶液于 5 个 10 mL 容量瓶中，采用标准加入法配制标准溶液，如表 2。

表2 标准加入法标准曲线浓度 (mg/L) 及波长

元素	分析波长 (nm)	SA1	SA2	SA3	SA4	SA5
Hg	194.227	0.00	2.00	3.00	5.00	10.00

SA: Standard addition 标准加入法

2.2 部分元素的标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.0017704$
 $b = 0.0000000$ $d = -4.131673$

图1 Hg元素的标准曲线图

2.3 Hg 元素谱峰轮廓图

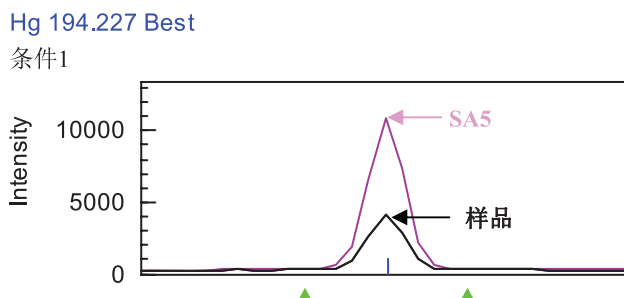


图2 Hg元素谱峰轮廓图

2.4 荧光灯样品分析结果

表3 荧光灯样品分析结果

元素	样品名称	测定值 (mg/L)	稀释倍数	测定结果 (mg)	RSD (%)
Hg	双端型荧光灯1#	4.00	10	4.00	0.19
	双端型荧光灯2#	5.20	10	5.20	0.31

计算方法: $W = A \times C \times V / 1000$

W: 荧光灯中求含量(mg);

A: 稀释比例;

C: 测试溶液中求浓度(mg/L);

V: 测试溶液的体积(mL)。

■ 结论

本文参考《GB/T 23113 荧光灯汞含量的测定方法》标准，采用标准加入法消除荧光粉基体干扰，建立了荧光灯中汞含量的测定方法。实验结果表明，该方法线性范围宽且线性相关系数良好，精密度高，可满足节能减排和重金属污染综合防治“十二五”规划的荧光灯中汞含量的测定要求。