

氢化物发生 - 原子吸收光谱法测定荧光灯中的汞含量

AAS-077

摘要：参考国家标准《GB/T 23113-2008 荧光灯汞含量的测定方法》，采用氢化物发生 - 原子吸收光谱法测定了紧凑型荧光灯中的汞含量。实验结果表明，本方法标准曲线线性良好 ($r=0.9993$)，检出限低 (0.48 ng/mL)，精密度高 ($RSD \leq 0.76\%$)，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：荧光灯 重金属污染 汞 氢化物发生 原子吸收光谱

荧光灯是放电灯的一种，目前市售的荧光灯内均含有少量的汞元素（其形态为气态汞、液态金属或氧化物、汞齐）。虽然单只荧光灯中汞的含量低至 mg 级，然则全球每年生产的荧光灯数量以十亿计。数量如此巨大的荧光灯废弃后难以有效回收，有毒有害的汞外泄会对环境产生污染，并危害人类健康。有鉴于此，欧美等发达国家和地区均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。

本文参考国标方法《GB/T 23113-2008 荧光灯汞含量的测定方法》，采用氢化物发生 - 原子吸收光谱法测定了荧光灯中的汞含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收光谱仪

岛津氢化物发生器 HVG-1

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 均为优级纯试剂，实验所用氢氧化钠、硼氢化钾和高锰酸钾纯度均大于 98%，实验用水为超纯去离子水。

配制 0.4% KBH_4 溶液：依次在超纯水中溶解 2.5 克 $NaOH$ 和 2.0 克 KBH_4 ，然后加水定容到 500 ml。

配制 500 ml 稀释成 5M HCl 溶液。

配制浓度为 5% 的 $KMnO_4$ 水溶液。

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、氧化态汞和汞齐的总量。以紧凑型荧光灯为例，参照 GB/T 23113-2008 中“6.1.3.2 打碎灯管在烧杯中消解汞”和“6.2.2.3 汞齐球的分解”部分进行样品前处理，具体如下：

1) 用刀或者尖嘴钳去掉灯头和焊泥。

2) 用挫刀在靠近灯头部位划出划痕。

3) 用红热的玻璃棒或 Ni/Cr 丝接触这划痕，使出现裂纹，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) 把灯管弄碎，可以在厚的塑料袋里用橡皮锤从外部敲碎，也可以在烧杯里用钳子夹碎（为了防止弄破塑料袋，使用钳子可以让碎片更小而不用反复地用锤子敲）。

6) 把灯管的碎片移入烧杯，并用水涮洗塑料袋内部。

7) 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 $80^\circ C$ 至少 1 h

8) 等样品溶液冷却到室温后，用滤纸过滤，移入 100 mL 容量瓶中。

9) 取出荧光灯中的汞齐，将汞齐放在烧杯中，加入 10 mL 王水。

10) 加热至 $80^\circ C$ ，保持 90 min

11) 当样品溶液冷却至室温后，用滤纸过滤溶液，并移入步骤 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 滴浓度为 5% 高锰酸钾水溶液，定容后以 1% 稀硝酸稀释 1000 倍待测。

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

元素	测定波长 (nm)	通带宽度 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	原子化方法	燃烧器高度 (mm)
Hg	253.7	0.7	4	BGC-D2	氢化物发生法	16

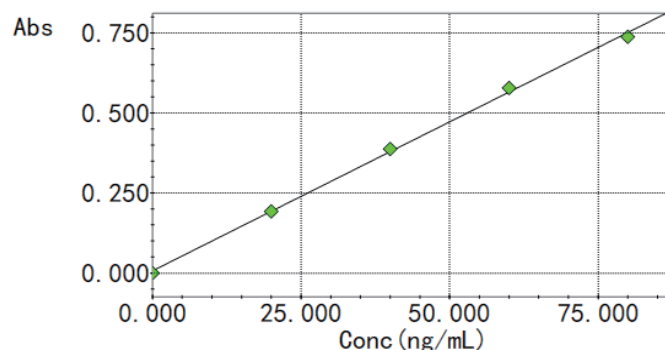
结果与讨论

2.1 Hg 元素的标准曲线

如表 2 所述，配制一系列不同浓度的 Hg 标准溶液，采用氢化物发生 - 原子吸收光谱法测定各浓度 Hg 标准溶液的吸光度值，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标制作标准曲线（图 1）。

表2 标准曲线各点浓度

STD	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
浓度(ng/mL)	0	20	40	60	80



$$\text{Abs}=0.0093090\text{Conc}+0.0068800$$

$$r=0.9993$$

图1 Hg元素标准曲线

在 0~80 ng/mL 的浓度范围内，汞的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9993$ 。

2.2 Hg 元素的检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得汞的检出限。汞的线性方程和检出限结果如表 3 所示。

表3 汞的线性方程和检出限

元素	线性方程	相关系数(r)	检出限(ng/mL)
Hg	$\text{Abs}=0.009309\text{Conc}+0.006880$	0.9993	0.48

2.3 荧光灯样品分析结果

表4 荧光灯样品分析结果

元素	样品名称	测定结果 (ng/mL)	定容体积 (mL)	稀释倍数	样品含量(mg)	RSD(%)
Hg	紧凑型荧光灯1#	30.26	100	1000	3.03	0.76
	紧凑型荧光灯2#	39.95	100	1000	4.00	0.24

计算方法： $W = A \times C \times V / 10^3$ ，其中：

W：荧光灯中汞的含量 (mg)；

A：稀释倍数；

C：测试溶液中汞的浓度 (ng/mL)；

V：样品消解液定容体积 (mL)。

■ 结论

本方法参考国家标准《GB/T 23113-2008 荧光灯汞含量的测定方法》，采用氢化物发生-原子吸收光谱法测定了紧凑型荧光灯中的汞含量。实验结果表明，本方法标准曲线线性良好，检出限低，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。