

ICS 13.030.01  
Z 04  
备案号:41921—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4549—2013

---

### 废弃化学品中铊的测定方法

Determination of thallium in waste chemicals

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本标准起草单位：天津出入境检验检疫局、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：李秀平、陆思伟、刘绍从。

## 废弃化学品中铊的测定方法

**警告:**铊为强烈的神经毒物!对肝、肾有损害作用。对于大量接触者,建议操作人员佩戴防尘面具(全面罩)、穿胶布防毒衣、戴橡胶手套。

### 1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定废弃化学品中铊含量的原理、试剂、仪器、样品处理、分析步骤和结果计算。

本标准适用于化学废渣、废水(液)、废表面处理剂、油漆渣等废弃化学品中铊含量的测定;也可用于土壤或污泥中铊含量的测定。所测样品中铊的质量分数 0.1 mg/kg~100 mg/kg。

### 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,仅所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。

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

### 3 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

本试验方法会接触到爆燃性气体,其储存和使用应按相关安全操作规定操作!

### 4 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂和电导率(25℃)不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

### 5 原理

试验溶液由载气引入雾化系统进行雾化后,以气溶胶形式进入等离子体中心区,在高温和惰性气氛中被去溶剂化、汽化解离和电离,转化成带正电荷的离子,经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据质荷比进行分离,根据元素质谱峰强度测定样品中铊元素的含量。

### 6 试剂

6.1 硝酸。

6.2 硝酸溶液:1+1。

6.3 硝酸溶液:1+99。

6.4 铊标准溶液:1 mL 溶液含铊(Tl)1 μg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铊标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(6.3)稀释至刻度,摇匀。此溶液使用前配制。

HG/T 4549—2013

6.5 铈标准溶液:1 mL 溶液含铈(Rh)0.1 mg。

称取 0.100 g 纯铈(质量分数不小于 99.90 %),用 20 mL 硝酸(6.2)溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 40 mL 硝酸,以水稀释至刻度,摇匀。

6.6 铈内标溶液:1 mL 溶液含铈(Rh)1 μg。

用移液管移取 1.00 mL 铈标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(6.3)稀释至刻度,摇匀。此溶液使用前配制。

7 仪器

7.1 电感耦合等离子体质谱仪,配备雾化进样系统。仪器经优化后应满足:

- a) 测定 10.0 ng/mL 的铈标准溶液的灵敏度优于  $5 \times 10^4$  cps;
- b) 连续测定 10.0 ng/mL 的铈标准溶液 10 次的相对标准偏差不超过 2 %。

7.2 微波消解仪。

8 样品处理

参照附录 A 中提供的样品处理方法进行试样溶液的制备。

9 分析步骤

9.1 空白试验溶液制备

除不加试样外,其他均按第 8 章样品处理步骤进行。

9.2 工作曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,各加入 1.00 mL 铈内标溶液,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、8.00 mL 铈标准溶液,用硝酸溶液(6.3)稀释至刻度,混匀。根据附录 B 中仪器参考工作条件,测定标准溶液的质谱峰强度。

从每个标准溶液的质谱峰强度中减去试剂空白溶液的质谱峰强度,以铈的质量浓度为横坐标,对应质谱峰强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:以上标准工作曲线溶液的浓度仅供参考,可根据仪器和样品的实际情况进行适当的调整。

9.3 测定

移取适量参照附录 A 处理的试样溶液( $V_1$ )置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(6.3)稀释至刻度,摇匀。按照工作曲线绘制时的仪器工作条件,以水调零,分别测定空白试验溶液和试验溶液中铈质谱峰强度,从工作曲线上得到铈的质量浓度( $\rho$ )。若测定试验溶液的谱峰强度超出工作曲线的范围,则应对试验溶液进行适当稀释,并保持酸度与稀释前一致。若试验溶液需要稀释,则应根据稀释的倍数重新配制空白溶液。

10 结果计算

固体试样中的铈含量以铈(Tl)的质量分数  $w$  计,数值以  $\mu\text{g/kg}$  表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50 \times 10^{-3}}{m(V_1/V) \times 10^{-3}} \times k \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中铈的浓度的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铈的浓度的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V_1$ ——移取的试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V$ ——试样经消解处理后的试验溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$k$ ——试验溶液的稀释倍数。

液体试样中的铊含量以铊(Tl)的质量浓度  $\rho$  计,数值以  $\mu\text{g/L}$  表示,按公式(2)计算:

$$\rho=\frac{(\rho_1-\rho_0)\times 50\times 10^{-3}}{V_1\times 10^{-3}}\times k\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中铊的浓度的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铊的浓度的数值,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V_1$ ——移取的试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$k$ ——试验溶液的稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10 %。

附 录 A  
(资料性附录)  
样品处理

A.1 试剂

- A.1.1 盐酸。
- A.1.2 硝酸。
- A.1.3 氢氟酸。
- A.1.4 高氯酸。
- A.1.5 过氧化氢(30 % )。
- A.1.6 硝酸溶液:1+1。
- A.1.7 硝酸溶液:1+99。

A.2 仪器

- A.2.1 微波消解仪。
- A.2.2 聚四氟乙烯坩埚。

A.3 样品处理

A.3.1 固体样品处理

A.3.1.1 常压酸消解法一

称取有代表性的试样约 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中,用少许水润湿,加 10 mL 盐酸,置于可控温的电热板上低温加热溶解,蒸发至约剩 5 mL 时,加 15 mL 硝酸继续加热至近黏稠状,加 5 mL 氢氟酸加热分解二氧化硅及胶态硅酸盐,最后再加 5 mL 高氯酸加热至白烟冒尽。用水分次冲洗坩埚内壁及坩埚盖(洗涤次数不少于 3 次),温热溶解残渣,冷却后消解液移入 50 mL 容量瓶中,用水分次洗坩埚,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

A.3.1.2 常压酸消解法二

称取有代表性的试样约 1.0 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(A.1.6)盖上表面皿置于可控温的电热板上,加热样品至  $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持 10 min。冷却后加 5 mL 硝酸盖上表面皿继续加热 30 min,重复此步骤至样品不再有棕色烟气产生,将溶液在不沸腾条件下蒸发至约 5 mL,冷却后加入 2 mL 水和 3 mL 过氧化氢(30 %),盖上表面皿加热至无大量气泡产生,继续加热使溶液蒸发至约 5 mL。向该溶液中加入 10 mL 盐酸,盖上表面皿于  $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保持 15 min,冷却,过滤,收集滤液于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

注:此消解法不适用于硅酸盐基体和复杂基体的样品消解。

A.3.1.3 微波消解法

称取有代表性的试样 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于微波消解罐中,加 9 mL 硝酸和 3 mL 氢氟酸,在罐口放一片安全膜后,盖上罐盖,放入微波消解仪中消解,消解完毕后冷却 5 min 取出罐体,冷却至室温,开盖,过滤,用硝酸溶液(A.1.6)洗涤消解罐,合并滤液于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。微波消解的程序设置可根据具体样品情况和仪器条件选择,参考程序设置见表 A.1。

表 A.1 微波消解参考加热程序设置

步 骤	温度/℃	时间/min
1	40	1
2	80	2
3	120	2
4	140	2
5	160	2
6	180	10

A.3.2 液体样品处理

取 100 mL 有代表性的液体试样,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸,盖上表面皿。置于可控温的电热板上加热蒸发至 5 mL 左右,再加 5 mL 硝酸继续加热至近干,加 5.5 mL 高氯酸,加热至冒白色浓烟。冷却,加水溶解后过滤,用水分次冲洗烧杯壁及表面皿(洗涤次数不少于 3 次),收集滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

附 录 B  
(资料性附录)  
电感耦合等离子体质谱仪工作条件

B.1 电感耦合等离子体质谱仪工作条件

电感耦合等离子体质谱仪工作条件见表 B.1。

表 B.1 电感耦合等离子体质谱仪工作条件

项 目	要 求
射频功率	1 000 W
等离子体氩气流量	15 L/min
雾化器氩气流量	0.75 L/min
透镜电压	6.5 V
检测器脉冲级电压	1 400 V
样品抽提速率	1 mL/min
扫描方式	峰跳扫
峰通道数	1
每个峰停留时间	100 ms
积分时间	1.5 s
重复次数	4



中华人民共和国  
化工行业标准  
废弃化学品中铊的测定方法

HG/T 4549 2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数14千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1643

BZ002103110



购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究