



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.10—2009

锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of mercury content—
Atomic fluorescence spectrometric method

2009-04-08 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- GB/T 3253.2—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 3253.3—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.4—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法；
- GB/T 3253.5—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.6—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.7—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.8—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法；
- GB/T 3253.9—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.10—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.11—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铊量的测定 原子吸收光谱法。

本部分为第 10 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：湖南出入境检验检疫局、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、毛晓红、陈新焕、袁玉霞、杨万彪。

锑及三氧化二锑化学分析方法

汞量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了锑及三氧化二锑中汞量的测定方法。

本部分适用于锑及三氧化二锑中汞量的测定。测定范围:0.000 020%~0.000 3%。

2 方法提要

试料用王水溶解,在盐酸介质中,以硼氢化钾作还原剂,用氩气作载气,将生成的汞原子蒸气导入石英炉原子化器中,在原子荧光光谱仪上测量汞的荧光强度。

3 试剂及材料

本试验所用水为高纯水(电阻率大于 18 MΩ)。

3.1 硼氢化钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL 优级纯)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL 优级纯)。

3.4 王水(1+1):三体积盐酸(3.2)、一体积硝酸(3.3)和四体积水混合配制。

3.5 盐酸溶液(1+95)。

3.6 氢氧化钾溶液(100 g/L 用优级纯氢氧化钾配制)。

3.7 硼氢化钾溶液(0.5 g/L):称取 0.25 g 硼氢化钾(3.1),加 25 mL 氢氧化钾溶液(3.6),加 475 mL 水,溶解完全,用时现配。

3.8 重铬酸钾溶液(50 g/L)。

3.9 标准溶液

3.9.1 汞标准贮存溶液:准确称取 0.135 4 g 预先用硫酸干燥 24 h 的氯化汞于 100 mL 烧杯中,加少量水溶解,加入 50 mL 硝酸(3.3),10 mL 重铬酸钾溶液(3.8)。移入 1.000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 0.1 mg 汞。

3.9.2 汞标准溶液 A:移取 10 mL 汞标准贮存溶液(3.9.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.3),1 mL 重铬酸钾溶液(3.8)用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 10 μ g 汞。

3.9.3 汞标准溶液 B:移取 1.00 mL 汞标准溶液(3.9.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.3),1 mL 重铬酸钾溶液(3.8)用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 0.1 μ g 汞。

3.10 材料

氩气(质量分数 \geq 99.99%);屏蔽气和载气。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附汞特种空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于 1×10^{-10} g/mL;

——精密性:用 2 ng/mL 的汞标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%;

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比,应不小于0.8。

仪器参考工作条件:

- 灯电流:20 mA;
- 负高压:260 V;
- 载气流量:400 L/min;
- 屏蔽气流量:900 L/min。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试样,精确至0.0001g。

表1 试料量

汞的质量分数/%	试料量/g
0.000020~0.000060	0.50
>0.000060~0.00015	0.20
>0.00015~0.0003	0.10

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于100 mL烧杯中,加入10 mL王水(3.4),盖上表面皿,于电炉上低温溶解清亮,并加热煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,加1 mL重铬酸钾溶液(3.8),并补加10 mL盐酸(3.2),移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2 移取试液5 mL于25 mL容量瓶中,加入5.0 mL盐酸(3.2)以水定容,混匀。

5.4.3 在原子荧光光谱仪上,用盐酸(3.5)作载流,用硼氢化钾溶液(3.7)作还原剂,以汞特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液的荧光强度,减去随同试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查得相应汞的浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL汞标准溶液B(3.9.3)于一组100 mL容量瓶中,分别加入盐酸(3.2)5 mL,1 mL重铬酸钾溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度。以汞浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

汞含量以汞的质量分数 $w(\text{Hg})$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Hg}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得汞的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_0 ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——待测试液定容体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位有效数字。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限

$w(\text{Hg})/\%$	0.000 024	0.000 099	0.000 16	0.000 28
$r/\%$	0.000 007	0.000 03	0.000 04	0.000 05
重复性(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准差。				

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得:

表3 再现性限

$w(\text{Hg})/\%$	0.000 024	0.000 099	0.000 16	0.000 28
$R/\%$	0.000 008	0.000 04	0.000 05	0.000 06
再现性(R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准差。				

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。