

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.7—2009
代替 YS/T 556.7—2006

锑精矿化学分析方法 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 7: Determination of mercury content—
Atomic fluorescence spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 556—2009《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：锑、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：锑等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 7 部分。

本部分代替 YS/T 556.7—2006《锑精矿化学分析方法 汞量的测定》(原 GB/T 15080.7—1994)。

与 YS/T 556.7—2006 相比,本部分有如下变动：

- 采用原子荧光光谱法代替了原冷原子吸收光谱法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：广州有色金属研究院、锡矿山闪星锑业有限公司。

本部分参加起草单位：湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘天平、戴凤英、吴东华、宋应球、毛晓红、吴少波、陈珍娥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.7—1994；

- YS/T 556.7—2006。

锑精矿化学分析方法

第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了锑精矿中汞量的测定方法。

本部分适用于锑精矿中汞量的测定。测定范围：0.000 1%~0.010%。

2 方法提要

试料用王水溶解，在硝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 试剂与材料

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和二级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.3 硝酸(1+4)。

3.4 王水(1+1)：三体积盐酸(3.1)、一体积硝酸(3.2)和四体积水混合配制。

3.5 硼氢化钾溶液：称取 0.25 g 硼氢化钾，溶解于 500 mL 5 g/L 氢氧化钾溶液中，用时现配。

3.6 重铬酸钾溶液(50 g/L)。

3.7 汞标准贮存溶液：称取 0.135 4 g 预先干燥 24 h 的二氯化汞溶于少量水中，加入 50 mL 硝酸(3.2)，10 mL 重铬酸钾溶液(3.6)，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 汞。

3.8 汞标准溶液 A：移取 10.00 mL 汞标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.2)、1 mL 重铬酸钾溶液(3.6)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 汞。

3.9 汞标准溶液 B：移取 2.00 mL 汞标准溶液 A(3.8)于 200 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2)、2 mL 重铬酸钾溶液(3.6)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μ g 汞，用时现配。

3.10 氩气(纯度 \geq 99.99%)。

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。

——精密度：用 8 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。

原子荧光光谱仪的参考工作条件：

——灯电流：20 mA；

——负高压：260 V；