



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;

——精密度: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%;