

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.6—2003

混合铅锌精矿化学分析方法 汞量的测定 冷原子荧光光谱法

The methods of chemical analysis of lead and zinc bulk concentrates
—The determination of mercury content
—The atomic fluorescence spectrometry method

2003-12-29 发布

2004-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是新制定的标准。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司负责起草。

本标准由韶关冶炼厂起草。

本标准由株洲冶炼厂、葫芦岛锌厂参加起草。

本标准主要起草人：师世龙、刘彻。

本标准主要验证人：刘婷、崔安芳。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

混合铅锌精矿化学分析方法

汞量的测定 冷原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了混合铅锌精矿中汞含量的测定方法。

本标准适用于混合铅锌精矿中汞含量的测定。测定范围:0.000 2%~0.20%。

2 方法原理

试料用盐酸、硝酸溶解,在稀盐酸介质中,离子态的汞被硼氢化钾还原为原子态汞,由氩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。按标准曲线法计算汞的含量。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+19)。

3.2.2 硝酸(1+19)。

3.2.3 重铬酸钾保护液(0.5 g/L):称取 0.5 g 重铬酸钾溶于 1 000 mL 硝酸(3.2.2)中。

3.2.4 硼氢化钾溶液(0.5 g/L):称取 0.5 g 硼氢化钾溶解于 1 000 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中。用时现配。

3.3 标准溶液

3.3.1 汞标准贮存溶液:称取经干燥器干燥过的二氯化汞($\geq 99.9\%$)0.135 4 g 于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 重铬酸钾保护液(3.2.3),搅拌溶解完全,用重铬酸钾保护液(3.2.3)将其移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 汞。

3.3.2 汞标准溶液:移取 1.00 mL 汞标准贮存溶液(3.3.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2.2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μ g 汞。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附屏蔽式石英炉原子化器,汞特种空心阴极灯或高强度空心阴极灯。

氩气($\geq 99.99\%$):用作屏蔽气、载气。

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 2×10^{-4} μ g/mL。

——精密密度:用 0.01 μ g/mL 的汞标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差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,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

——原子荧光光谱仪的参考工作条件为:

——灯电流:30 mA;