ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.15—2005

锌精矿化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of mercury content
—Atomic fluorescence spectrometry method

2005-07-26 发布　　2006-01-01 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

本标准首次制定。

本标准是GB/T 8151.1～8151.14—2000《锌精矿化学分析方法》中新增加的1个分标准，本标准是第15分标准。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由葫芦岛有色金属集团公司负责起草。

本标准由株洲冶炼集团公司、韶关冶炼厂参加起草。

本标准主要起草人：崔安芳、李遵义、冯志维。

本标准主要验证人：刘彻、向德磊。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

锌精矿化学分析方法
汞量的测定　原子荧光光谱法

1　范围

本标准规定了锌精矿中汞含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中汞含量的测定。测定范围：0.000 50%～0.200%。

2　方法原理

试料用盐酸、硝酸溶解，以盐酸为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，以汞空心阴极灯为激发光源，在氢化物发生器中，汞被硼氢化钾还原为氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量汞的荧光强度。

3　试剂及材料

3.1　试剂

3.1.1　氢氧化钾，优级纯。

3.1.2　硼氢化钾，优级纯。

3.1.3　重铬酸钾，优级纯。

3.1.4　二氯化汞($HgCl_2$)，(≥99.9%)。

3.2　溶液

3.2.1　高纯盐酸(ρ1.19 g/mL)。

3.2.2　高纯硝酸(ρ1.42 g/mL)。

3.2.3　氢氧化钾溶液(0.5%)：称取0.5 g氢氧化钾(3.1.1)溶解于100 mL水中。

3.2.4　硼氢化钾溶液(0.05%)：称取0.5 g硼氢化钾(3.1.2)溶解于1 000 mL氢氧化钾溶液(3.2.3)中，用时现配。

3.2.5　高纯硝酸(1+19)。

3.3　标准溶液

3.3.1　汞标准保护溶液：称取0.5 g重铬酸钾(3.1.3)溶于硝酸溶液(3.2.5)中并稀释至1升。

3.3.2　汞标准贮存溶液(0.1 mg/mL)：称取二氯化汞(3.1.4)0.135 4 g，溶于硝酸溶液(3.2.5)中，用汞标准保护液(3.3.1)稀释至1升。

3.3.3　汞标准溶液(0.1 ug/mL)：移取0.50 mL汞标准贮存溶液(3.3.2)于500 mL容量瓶中用硝酸(3.2.5)稀释至刻度。

3.4　材料

氩气(≥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^{-9} g/mL。

——精密度：用0.1 ug/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%。

——使用原子荧光光谱仪灯电流 80 mA，负高压 260 V，载气流量 400 mL/min，屏蔽气流量 800 mL/ min。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.100 g 试料，精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸(3.2.1)，80℃～100℃水浴加热数分钟以除去硫化氢，再加入 5 mL 硝酸(3.2.2)继续溶解完全，取下冷却后，移入 100 mL 容量瓶中，用高纯水稀释至刻度，混匀。按表 1 进行分取定容后测定。

表 1

汞的质量分数/%	分取试液体积/mL	测定溶液体积/mL	补加盐酸量(3.2.1)/mL
0.000 5～0.01	10.00	100	5
>0.01～0.02	5.00	100	5
>0.02～0.10	1.00	100	5
>0.10～0.20	1.00	200	10

5.3.2 在原子荧光光谱仪上，以盐酸(1+19)为载流，硼氢化钾溶液(3.2.4)为还原剂，以汞空心阴极灯为激发光源，随同试料空白溶液为参比，测量试料溶液的荧光强度，从工作曲线上查出相应的汞浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 汞标准溶液(3.3.3)于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 5 mL 盐酸(3.2.1)，高纯水稀释至刻度，混匀，用时现配。此标准溶液对应的汞的浓度为 0、0.50 ng/mL、1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、3.00 ng/mL、4.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL。

5.4.2 在与测定试料溶液相同的条件下，以盐酸(1+19)为载流，硼氢化钾溶液(3.2.4)为还原剂，以试剂空白为参比，测量标准溶液的荧光强度。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

按下式计算汞的质量分数(%)：

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

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——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V_1——分取试液体积，单位为毫升(mL)；

V_2——测定试液体积，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 3 位小数；若汞含量小于 0.010%时表示至 4 位小数；若汞含量小于 0.001 0%时表示至 5 位小数。

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

汞质量分数(%)	0.000 39	0.004 3	0.018	0.098
r(%)	0.000 08	0.000 5	0.002	0.010

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(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

汞质量分数(%)	0.000 39	0.004 3	0.018	0.098
R(%)	0.000 10	0.000 6	0.003	0.012

注：重现性(r)为2.8 S_r，S_r为重复性标准差。

再现性(R)为2.8 S_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。