



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4763—2017

煤中汞含量的测定 固体进样-直接测汞仪法

Determination of mercury in coal—Direct mercury analyzer with solid sampling

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。
本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。
本标准主要起草人：张衡、王鑫焱、赵秀宏、高建文、郭沛、米飞。

煤中汞含量的测定 固体进样-直接测汞仪法

1 范围

本标准规定了使用测汞仪直接进样测定煤中汞含量的方法。

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤和煤矸石中汞含量的测定,测量范围为: $0.800 \times 10^{-3} \mu\text{g/g} \sim 10.000 \mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 474 煤样的制备方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备

3 方法提要

试验煤样直接送入测汞仪,经干燥、分解、氧化后,各种形态的汞以气态释放出来,在齐化管内发生汞齐化作用被富集,再通过快速加热释放汞原子后,利用原子吸收光谱仪在 253.7 nm 处测定释放出的汞。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为优级纯,实验用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。

4.2 硝酸:(5+95)。

4.3 煤炭有证标准物质:汞含量已定值。

4.4 汞标准储备溶液($1\,000 \mu\text{g/mL}$):使用国家有证标准溶液或按照 GB/T 602 配制。

4.5 汞标准中间溶液($100 \mu\text{g/mL}$):准确吸取汞标准储备溶液(4.4)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.1),加水稀释至刻度,摇匀。

4.6 汞标准工作溶液系列 1:吸取汞标准中间溶液(4.5)配制成: $0 \mu\text{g/mL}$ 、 $0.020 \mu\text{g/mL}$ 、 $0.050 \mu\text{g/mL}$ 、 $0.100 \mu\text{g/mL}$ 、 $0.250 \mu\text{g/mL}$ 、 $0.500 \mu\text{g/mL}$ 的汞标准工作溶液,溶剂为硝酸(4.2),现用现配。

4.7 汞标准工作溶液系列 2:吸取汞标准溶液(4.5)配制成: $0 \mu\text{g/mL}$ 、 $0.50 \mu\text{g/mL}$ 、 $1.00 \mu\text{g/mL}$ 、 $2.00 \mu\text{g/mL}$ 、 $5.00 \mu\text{g/mL}$ 、 $10.00 \mu\text{g/mL}$ 的汞标准工作溶液,溶剂为硝酸(4.2),现用现配。

5 仪器设备

- 5.1 测汞仪:配备有粉末直接进样装置、热分解装置、汞齐化装置和原子吸收装置(参见附录 A)。
- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.3 容量瓶:A 级,100 mL。
- 5.4 移液管:A 级,1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL。
- 5.5 移液器:0 μ L~100 μ L。
- 5.6 样品舟:石英或镍制,适合仪器使用,容积不小于 150 μ L。
- 5.7 玛瑙研钵。
- 5.8 标准筛:116 μ m。
- 5.9 高纯氧气:纯度 \geq 99.999%。

6 样品制备

依据 GB/T 474 或 GB/T 19494.2 制备的一般分析试验煤样用玛瑙研钵研磨至全部通过 116 μ m 标准筛,备用。

7 分析步骤

7.1 空白试验

随同试样做空白试验。

7.2 样品测定

准确称取一般分析试验煤样 0.09 g \pm 0.01 g,称准至 0.000 1 g,置于样品舟中,参照附录 B 中工作条件,进行测定。

7.3 工作曲线的制作

7.3.1 工作曲线 1

根据仪器说明书调整仪器条件至适宜的工作参数(参见附录 B)。按照低浓度到高浓度的顺序,分别吸取 100 μ L 汞标准工作溶液系列 1(4.6)加入到样品舟中进行测定,以标准工作溶液中汞的含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线 1。

7.3.2 工作曲线 2

按 7.3.1 步骤测定汞标准工作溶液系列 2(4.7),绘制工作曲线 2。

7.4 标准曲线核查

分别测定与每条标准曲线上下两端含量相近的标准物质,若测定结果在标准值不确定度范围内,标准曲线有效;否则应查找原因,重新绘制标准曲线。

8 结果表述

一般分析试验煤样中汞含量按式(1)计算:

$$\omega(\text{Hg}) = \frac{m_1}{1\,000 \times m_2}$$

.....(1)

式中：

$\omega(\text{Hg})$ ——一般分析试验煤样中汞元素的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)；

m_1 ——从工作曲线上查得样品中汞元素的质量,单位为纳克(ng)；

m_2 ——样品质量,单位为克(g)。

每一样品重复测定两次,取其平均值作为测定结果,计算结果按 GB/T 483 数字修约规则,修约至小数点后 3 位。

9 精密度

由 8 个实验室对 5 个水平的试样进行方法精密度试验,结果见表 1。

表 1 方法精密度

单位为微克每克

元素	水平范围	重复性限 r	再现性限 R
Hg	$0.800 \times 10^{-3} \sim 10.000$	$r = 0.053m + 0.002$	$R = 0.199m + 0.003$
注： m 为两次测定结果的平均值。			

附 录 A
(资料性附录)
测汞仪工作简图

测汞仪工作简图见图 A.1。

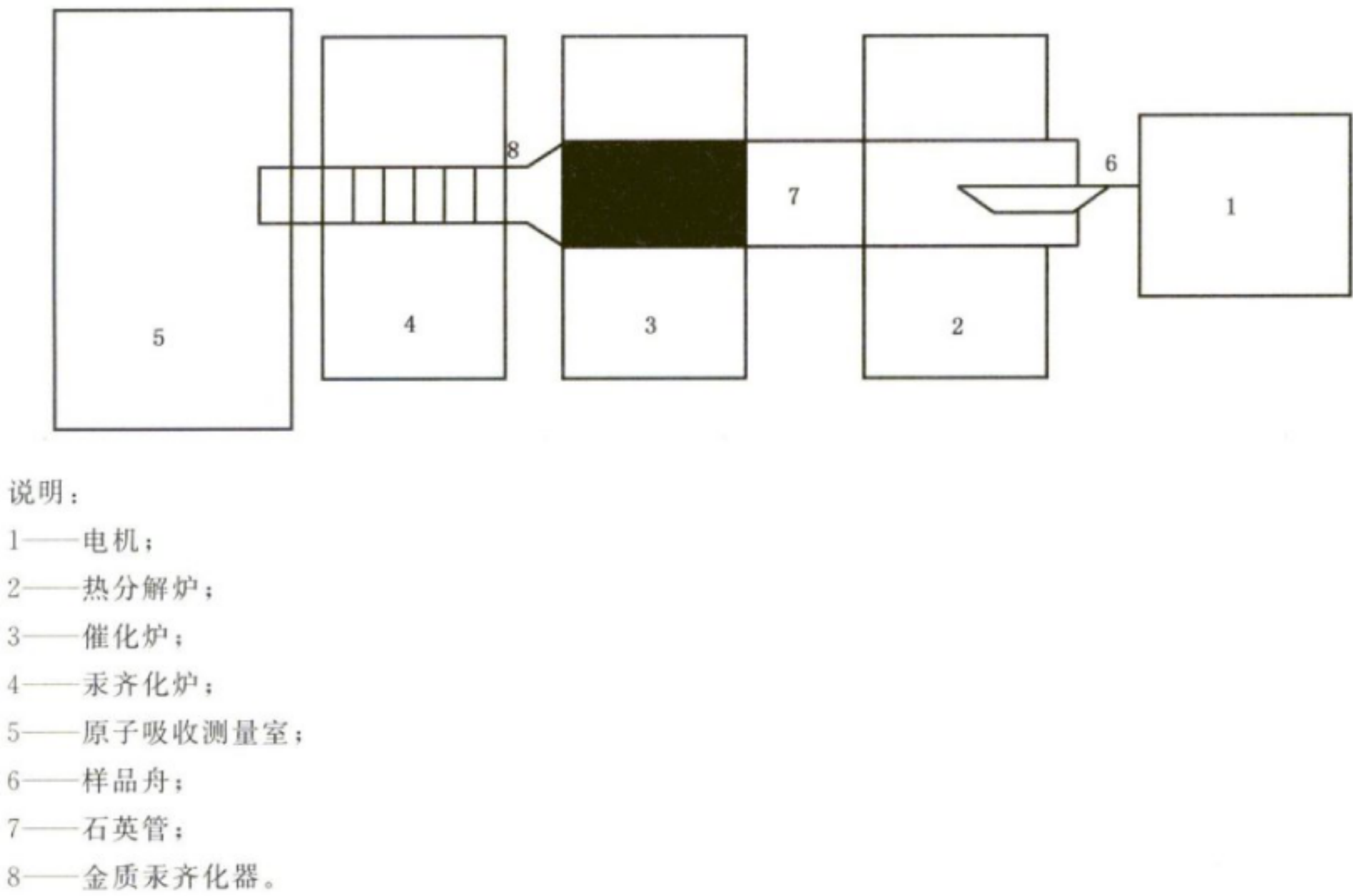


图 A.1 测汞仪工作简图

附 录 B
(资料性附录)
测汞仪参考工作条件

测汞仪参考工作条件见表 B.1。

表 B.1 仪器参考工作条件

试验阶段	温度/℃	升温时间/s	保温时间/s
干燥	200 最高 250	—	60
升温	650	120	—
灰化	650	—	90
氧气吹扫	—	—	60
汞齐化	900	—	12