

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0681—1997

上海市技术监督情报研究所
登记号 QT 984678

出口锌精矿中汞的测定

Determination of mercury content
in zinc concentrates for export

1997-12-22 发布

1998-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

前 言

本标准采用冷原子吸收法对锌精矿中汞含量进行测定。样品化学处理部分参考了 Alfred H. Knight International Ltd. 《DETERMINATION OF MERCURY IN COPPER LEAD ZINC CONCENTRATES BY THE COLD VAPOUR ATOMIC ABSORPTION TECHNIQUE》, 并通过试验加以改进。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位: 中华人民共和国湛江进出口商品检验局。

本标准主要起草人: 邹智昌、庄军、蔡泓、黄健。

本标准系首次发布。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口锌精矿中汞的测定

SN/T 0681—1997

Determination of mercury content
in zinc concentrates for export

1 范围

本标准规定了出口锌精矿中汞的测定方法。

本标准适用于出口锌精矿中汞含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.06%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN/T 0680—1997 出口散装锌精矿取样制样方法

3 方法提要

试样用王水溶解后,加二氯化锡还原,用冷原子吸收法测定。

4 试剂及仪器

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL,分析纯)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL,分析纯)。

4.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL,化学纯)。

4.4 二氯化锡(分析纯)。

4.5 二氯化汞(分析纯)。

4.6 高锰酸钾(化学纯)。

4.7 王水(3+1):3份盐酸(4.1)和1份硝酸(4.2)混合,新配。

4.8 二氯化锡溶液[100 g/L,10%(V/V)盐酸介质]。

4.9 余汞吸收液(10 g/L KMnO_4 -1.8 mol/L H_2SO_4)。

4.10 汞标准储备溶液:称取 1.354 0 g 二氯化汞(4.5)溶于 20 mL 王水(4.7)中,移至 1 L 容量瓶中,用水稀至刻度并混匀。此溶液每毫升含 1 000 微克汞。溶液应置于冰箱中,在 5 个月内使用。

4.11 汞标准工作溶液:吸取汞标准储备溶液(4.10)10.00 mL,移入 1 L 容量瓶中,加 20 mL 王水(4.7),用水稀至刻度,并混匀。此溶液每毫升含 10 微克汞。用时新配。

4.12 测汞仪:技术指标如下:

a) 交流电源电压变化允许范围:220 V \pm 10%;

b) 灵敏度: $<0.1 \mu\text{gHg/L}$;

c) 重现性:在交流电源电压变化允许范围内不变时,用同一溶液重复测定五次,读数误差不超过透光率(T)的 1%;

d) 流量调节范围:300~1 200 mL/min。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1997-12-22 批准

1998-05-01 实施

5 试样

- 5.1 试样的采取和制备按 SN/T 0680—1997 执行。
 5.2 试样应通过 0.074 mm 筛孔。
 5.3 试样分析前应在 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘 1 h, 置于干燥器中冷至室温。
 5.4 试样量

称取的试样量见表 1。

表 1 试样量

预计 Hg 含量范围, %	<0.002	0.002~0.010	0.010~0.060
试样量, g	1	0.5	0.2

6 分析步骤

6.1 空白试验

随同试样做空白试验。

6.2 测定

6.2.1 按表 1 的规定称取适当重量的试样(准确至 0.000 2 g), 置于 250 mL 烧杯中, 加入少量水润湿, 加入 10 mL 盐酸(4.1) 盖上表面皿, 在低温电热板上加热 3~5 min, 以驱赶硫化氢, 切忌蒸干, 取下稍冷, 加入 30 mL 王水溶解, 放置 30 min。如溶解不完全, 可在 80°C 水浴中加热。把上述溶液移入 200 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度并混匀。

6.2.2 根据样品的汞含量范围, 适当移取 0.5~2 mL 的试样溶液(6.2.1)于 20 mL 还原瓶中, 加入 5 mL 二氯化锡溶液(4.8), 随即接上循环泵, 注视仪表指针的位移, 读下指针所示的最大吸光值。然后, 旋转三通活塞接通余汞吸收装置, 将余汞吸收于余汞吸收液(4.9)中。由试样吸光值减去空白试液的吸光值, 从标准曲线上查出相应的汞量。

6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 分别吸取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00 mL 汞标准工作溶液(4.11)至 100 mL 容量瓶中, 加入 15 mL 王水(4.7), 用水稀释至刻度并混匀, 以下按 6.2.2 条操作手续进行。

6.3.2 以汞量为横坐标, 以减去试剂空白的吸光值为纵坐标, 绘制标准曲线。

7 分析结果的计算

汞的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Hg}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times V_1/V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 —— 试样吸光值减去空白试液吸光值后从标准曲线上查得的汞量, μg ;

V_1 —— 吸取试样溶液的体积, mL;

V_2 —— 试样溶液的总体积, mL;

m —— 试样量, g。

8 精密度

本方法的精密度:

$$r = 0.067 m^{0.98} \dots\dots\dots (2)$$

$$R = 0.040 m^{0.79} \dots\dots\dots (3)$$

r 为重复性, R 为再现性, m 为物质中汞的百分含量。

中华人民共和国进出口商品检验

行 业 标 准

出口锌精矿中汞的测定

SN/T 0681—1997

*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字

1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-12201 定价 6.00 元



SN/T0681-1997