



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1031.1—2012  
代替 SN/T 1031.1—2001

---

## 出口粗氧化锑化学分析方法 第1部分：汞含量的测定

Chemical analysis of crude antimony trioxide for export—  
Part 1: Determination of mercury content

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

---

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

## 前 言

SN/T 1031《出口粗氧化铈化学分析方法》共分为七个部分：

- 第1部分：汞含量的测定；
- 第2部分：总铈量的测定；
- 第3部分：三氧化二铈含量的测定；
- 第4部分：氟含量的测定；
- 第5部分：硒含量的测定；
- 第6部分：铅、铁含量的测定；
- 第7部分：砷含量的测定。

本部分为 SN/T 1031 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 1031.1—2001《出口粗氧化铈化学分析方法 汞含量的测定》。

本部分与 SN/T 1031.1—2001 相比，主要技术变化如下：

- 增加前言部分的说明；
- 增加了第2章“规范性引用文件”；
- 修改了第5章“微波消解仪”的名称和技术指标（见 5.2），并将第7章中微波消解仪的使用功率修改为 320 W（见 5.2）；
- 明确了第7章的称样量（见 7.1）和分取体积（表 1）；
- 增加了第8章对精密度的说明。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：彭速标、郑建国、翟翠萍、钟志光、卢振国、钟沛余、黄文娴、罗宇梅、何颖贤、李锦兴。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1031.1—2001。

## 出口粗氧化铈化学分析方法

### 第1部分:汞含量的测定

**警告:**使用 SN/T 1031—2012 本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

SN/T 1031 的本部分规定了采用冷蒸汽原子吸收分光光度法测定出口粗氧化铈中汞含量的方法。本部分适用于出口粗氧化铈中汞含量的测定。测定范围:0.000 05%~0.01%(质量分数)。

#### 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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 方法提要

试料用盐酸、氯化钾和酒石酸经微波炉消解,所得溶液用测汞仪在波长 253.7 nm 处测定汞的吸光度。在工作曲线上查得汞量,从而计算出样品中汞的含量。

#### 4 试剂

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 高纯锡:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.2 氯化汞:纯度 $\geq 99.9\%$ 。

4.3 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

4.4 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.5 氯化钾溶液(20 g/L)。

4.6 酒石酸溶液(300 g/L)。

4.7 酒石酸溶液(40 g/L)。

4.8 高锰酸钾溶液(50 g/L)。

4.9 王水稀释液:移取 2 mL 硝酸(4.4),6 mL 盐酸(4.3)和 90 mL 水,混匀。

4.10 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10 g 氯化亚锡于烧杯中,加入 18 mL 盐酸(4.3),加热溶解。冷却,用蒸馏水稀释至 100 mL,混匀。如有沉淀则过滤,加几粒高纯锡(4.1),移入棕色瓶中保存。

4.11 汞标准贮备液(1.0 mg/mL):称取 0.135 4 g 经硫酸干燥器中干燥的氯化汞(4.2)于 100 mL 烧杯中,加入 6 mL 盐酸(4.3)和 2 mL 硝酸(4.4),置于蒸汽浴上溶解。冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用

水稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存。

4.12 汞标准溶液(10  $\mu\text{g/mL}$ ):移取 1.00 mL 汞标准贮备液(4.11)于预先加入 2 滴高锰酸钾溶液(4.8)的 100 mL 容量瓶中,用王水稀释液(4.12)稀释至刻度,摇匀。置于冰箱内保存。有效期为一个月。

4.13 汞标准工作溶液(0.1  $\mu\text{g/mL}$ ):移取 1.00 mL 汞标准溶液(4.12)于预先加入 2 滴高锰酸钾溶液(4.8)的 100 mL 容量瓶中,用酒石酸溶液(4.7)稀释至刻度,摇匀。用时现配。

## 5 仪器

5.1 测汞仪。

5.2 微波消解仪:功率可调,功率大于 320 W。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

## 6 试样

试样用刚玉研钵研磨通过 0.074 mm 的标准筛,并于 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  下烘 2 h 后,置于干燥器中,冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取 0.5 g 试料,精确至 0.000 1 g。

称取两份试料进行平行测定,结果取其平均值。

### 7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.3 分析步骤

#### 7.3.1 试料的分解

将试料(7.1)置于塑料消解罐中,加入 10 mL 盐酸(4.3),5 mL 氯化钾溶液(4.5),10 mL 酒石酸溶液(4.6),用少量水冲洗塑料消解罐壁,摇散试料,套上盖和导管,旋紧后,放入微波炉旋转盘中,使用 320 W 功率,加热 60 min。冷却,旋松盖帽,将试液移入 50 mL 容量瓶中(容量瓶上加插小漏斗),用酒石酸溶液(4.7)洗消解罐和盖 8 次并稀释至刻度,摇匀。放置澄清或干过滤。

#### 7.3.2 测定

按表 1 准确移取试液量于预先加入 1 滴高锰酸钾溶液(4.8)的 30 mL 反应瓶中,用酒石酸溶液(4.7)稀释至 20 mL,加 10 mL 氯化亚锡溶液,迅速盖上盖,测定吸光度。

表 1 分取试液量

| 汞含量 $w/\%$                   | 试液量/mL |
|------------------------------|--------|
| 0.000 05~0.002 00            | 10     |
| $\geq 0.002 00\sim 0.004 00$ | 5      |
| $\geq 0.004 00\sim 0.006 00$ | 4      |
| $\geq 0.006 00\sim 0.008 00$ | 3      |
| $\geq 0.008 00\sim 0.010 00$ | 2      |

7.3.3 标准曲线的绘制

准确移取汞标准工作溶液(4.13)0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL于预先加入1滴高锰酸钾溶液(4.8)的30 mL的反应瓶中,按7.3.2测定溶液中的汞,以汞为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 结果计算

按式(1)计算试料中汞的含量,以质量分数表示:

$$w = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times \frac{V}{V_1} \times 100$$

.....( 1 )

式中:

- $w$  ——试料中汞的质量分数,%;
- $m_1$  ——从标准曲线上查得的汞量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$  ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试料的质量,单位为克(g);
- $V_1$  ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后五位。

9 精密度

精密度数据是依据 GB/T 6379.2,对 8 个实验室和 4 个测试水平所组织和分析的试验而得到的。精密度见表 2。

表 2 精密度 %

| 水平范围(质量分数)          | 重复性限 $r$          | 再现性限 $R$          |
|---------------------|-------------------|-------------------|
| 0.000 05~0.01       | $r=0.16m^{0.706}$ | $R=0.32m^{0.544}$ |
| 注: $m$ 为两次测定结果的平均值。 |                   |                   |

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
出口粗氧化锑化学分析方法  
第 1 部分：汞含量的测定  
SN/T 1031.1—2012

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
总编室：(010)64275323

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2012 年 9 月第一版 2012 年 9 月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号：155066·2-23984 定价 14.00 元



SN/T 1031.1-2012