



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3370—2012

钨矿中砷、汞含量的测定 原子荧光光谱法

Determination of arsenic, mercury in tungsten ore—
Atomic fluorescence spectrometric method

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

钨矿中砷、汞含量的测定

原子荧光光谱法

SN/T 3370—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

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 10 千字

2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25206 定价 14.00 元

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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：雷美康、彭芳、梅凯、徐建设、王栋、叶有标、杨靖、汪小红。

钨矿中砷、汞含量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了原子荧光光谱法测定钨矿中砷、汞含量的分析方法。

本标准适用于钨矿中砷、汞含量的测定,测定低限:砷 0.20 mg/kg,汞 0.09 mg/kg。

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 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

3 方法提要

试料用盐酸、硝酸消解后,在特定介质中砷与硼氢化钾反应生成挥发性氢化物,汞与硼氢化钾反应生成原子态汞,由氩气载入石英原子化器中,在砷、汞空心阴极灯照射下,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与测定元素含量成正比,与标准系列的荧光强度比较进行定量分析。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的二级水。

4.1 硝酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2 盐酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.3 硼氢化钾:优级纯。

4.4 氢氧化钾:优级纯。

4.5 盐酸溶液(5+95,体积分数):量取 50 mL 盐酸(4.2),用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.6 酒石酸溶液(20%):称取 20.0 g 酒石酸,溶于水中,用水稀释至 100 mL。

4.7 硼氢化钾(1.0%)混合溶液:称取 1.25 g 氢氧化钾(4.4)放入烧杯中,用少量水溶解,称取 2.5 g 硼氢化钾(4.3)放入氢氧化钾溶液中,溶解后用水稀释至 250 mL,混匀,用时现配。

4.8 硼氢化钾(0.01%)混合溶液:称取 0.012 5 g 氢氧化钾(4.4)放入烧杯中,用少量水溶解,称取 0.025 g 硼氢化钾(4.3)放入氢氧化钾溶液中,溶解后用水稀释至 250 mL,混匀,用时现配。

4.9 预还原剂溶液(10%硫脲+10%抗坏血酸):称取 10.0 g 硫脲和 10.0 g 抗坏血酸溶于水中,用水稀释至 100 mL,用时现配。

4.10 砷、汞单元素标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):各元素标准溶液按 GB/T 602 方法配制,或直接使用购置的国家标准物质。

4.11 砷标准工作溶液:取砷标准储备溶液(4.10),加入预还原剂溶液(4.9)使各标准系列溶液中预还原剂浓度为 1%,用盐酸溶液(4.5)逐级稀释成 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 $\mu\text{g/L}$,用时现配。

4.12 汞标准工作溶液：取汞标准储备溶液(4.10)，用盐酸溶液(4.5)逐级稀释成 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μg/L，用时现配。

5 仪器

- 5.1 原子荧光光谱仪：配备砷、汞空心阴极灯。
- 5.2 分析天平：感量 0.1 mg。

6 试样

试样应制备成粒度小于 74 μm 的样品，在 65℃±5℃烘 4 h，置于干燥器中，冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料前处理

称取试料 0.2 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 比色管中，用少量水润湿，加入 10.0 mL 盐酸(4.2)，盖上玻璃漏斗置于 80℃~1 000℃水浴中加热 5 min~30 min，取下冷却，加 5.0 mL 硝酸(4.1)，继续水浴加热约 30 min 至试料溶解完全。取下冷却至室温，加入 5.0 mL 酒石酸溶液(4.6)和 10 mL 预还原剂(4.9)，用水冲洗比色管内壁和玻璃漏斗，最后定容至刻度。摇匀，静置至试液澄清后测定。随同试料做空白试验。

7.2 测定

- 7.2.1 根据使用仪器的类型及待测元素，将仪器调至最佳测定条件，原子荧光光谱仪工作条件参见表 A.1。待仪器稳定后依次测定标准空白溶液、标准系列溶液、样品空白溶液、样品溶液。
- 7.2.2 各元素载流溶液及还原剂溶液见表 1。

表 1 各元素载流溶液及还原剂溶液

元素	载流溶液	还原剂溶液
As	盐酸溶液(4.5)	硼氢化钾(1.0%)混合溶液(4.7)
Hg	盐酸溶液(4.5)	硼氢化钾(0.01%)混合溶液(4.8)

8 结果计算

试料中测定元素的含量按式(1)计算：

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中：
- X —— 试料中测定元素的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
 - c₁ —— 试料液中测定元素的浓度，单位为微克每升(μg/L)；
 - c₀ —— 样品空白液中测定元素的浓度，单位为微克每升(μg/L)；
 - V —— 试料液定容体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留至小数点后 2 位。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

9.2 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这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

附录 A
(资料性附录)
原子荧光光谱仪工作条件¹⁾

表 A.1 原子荧光光谱仪工作条件

项 目	砷	汞
负高压/V	270~300	270~300
灯总电流/mA	60~80	15~40
载气流量/(mL/min)	400	400
屏蔽气流量/(mL/min)	800	1 000
读数时间/s	7.0	9.0
延迟时间/s	1.5	2.5
测量方式	标准曲线法	标准曲线法
读数方式	峰面积	峰面积

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在吉天 9230 原子荧光光谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

