

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4364—2015

### 进出口铜精矿中汞含量的测定 原子荧光光谱法

Determination of mercury in export-import copper concentrates—  
Atomic fluorescence spectrometry

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 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：中华人民共和国河北出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵振纲、于庆龙、邢涛、程薇、吕晓华。

# 进出口铜精矿中汞含量的测定 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进出口铜精矿中汞元素含量的方法。

本标准适用于进出口铜精矿中汞的测定,汞测定下限为 0.000 01%。

## 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和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线移液管

GB/T 14263 散装浮选铜精矿取样、制样方法

JJG 939 非色散原子荧光光度计国家计量检定规程

## 3 方法提要

采用盐酸、硝酸在密闭微波消解器中消解铜精矿样品。按溶液中汞浓度稀释试液。以硼氢化钾为还原剂将试液中的汞还原成原子态汞,并由氩气带入石英原子化器中,在汞空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的汞浓度成正比,与标准系列比较定量。

## 4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯试剂,实验用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 硼氢化钾:优级纯。

4.2 氢氧化钾:优级纯。

4.3 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL):优级纯。

4.4 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL):优级纯。

4.5 盐酸溶液(2+98):2 体积盐酸与 98 体积去离子水混匀。

4.6 硝酸溶液(1+9):1 体积硝酸与 10 体积去离子水混匀。

4.7 王水:由盐酸(4.3)和硝酸(4.4)按 3:1 体积比混合制得,现用现配。

4.8 硼氢化钾与氢氧化钾混合溶液(7 g/L):准确称取 7 g 硼氢化钾(4.1)溶于含 5 g 氢氧化钾(4.2)的 1 000 mL 水溶液中,现用现配。

4.9 汞标准储备溶液:1 000  $\mu$ g/mL,市售标准物质。

4.10 汞标准工作溶液(1  $\mu\text{g/mL}$ ):将汞标准储备溶液(4.9)逐级稀释至 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.11 氙气(纯度 $\geq 99.99\%$ )。

## 5 仪器和设备

5.1 氢化物发生原子荧光光谱仪,配有汞空气阴极灯,其工作条件参见附录 A 表 A.1。氢化物发生原子荧光光谱仪应符合 JJG 939 的规定,汞检测限应达到 0.1  $\mu\text{g/L}$ 。标准工作曲线线性相关系数应达到 0.999 以上。

5.2 微波消解器,其工作条件参见附录 B 表 B.1。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 分析天平:感量 0.1 g。

5.5 单标线容量瓶,容量 100 mL, A 级,符合 GB/T 12806 的规定。

5.6 单标线移液管, A 级,符合 GB/T 12808 的规定。

5.7 聚四氟乙烯密封消解罐:100 mL。

5.8 100  $\mu\text{m}$  标准筛。

注:所用玻璃仪器及消化罐均用硝酸溶液(4.6)浸泡 12 h 以上,用水冲洗、晾干,备用。

## 6 样品制备

按照 GB/T 14263 的规定取样和制样。样品粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ 。

将试样在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  温度下干燥 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温进行检测。

## 7 分析步骤

### 7.1 试样的处理

称取 0.2 g 试料,精确至 0.1 mg。将试料置于聚四氟乙烯消解罐(5.7)中,用少量水冲洗罐壁,加入 10 mL 王水(4.7),旋紧盖子,置微波消解器(5.2)中,按照设置的程序消解试料。将消解所得溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。取 10 mL 样品溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.3),用水稀释至刻度,摇匀。

### 7.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 7.3 标准工作曲线溶液的配制

分别移取汞标准工作溶液(4.10) 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.3),用水稀释至刻度,摇匀。

### 7.4 标准工作曲线的绘制

调整仪器工作条件使仪器至最佳状态,依次将汞标准溶液(7.3)导入氢化物发生系统,分别测定汞元素的信号强度,以汞的浓度为横坐标,信号强度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 7.5 测定

依次将空白溶液(7.1)和试样溶液(7.1)分别导入氢化物发生系统,以盐酸溶液(4.5)作为载流,以硼



氢化钾及氢氧化钾混合溶液(4.8)为还原剂进行测定。每个试样同时测定 2 次,取其平均值。若测定结果超出标准曲线的线性范围,应将试样溶液进行逐级稀释后再测定。

8 结果计算

按式(1)计算汞含量,以质量分数表示:

$$W = \frac{(c_1 - c_0) \times R \times V}{m} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- W —— 试样中汞含量,%;
- c<sub>1</sub> —— 从标准曲线上查得试样溶液中汞浓度,单位为微克每升(μg/L);
- c<sub>0</sub> —— 从标准曲线上查得空白溶液中汞浓度,单位为微克每升(μg/L);
- V —— 样品溶液体积,单位为毫升(mL);
- R —— 样品溶液稀释倍数;
- m —— 试样质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后两位,所得数据修约遵守 GB/T 8170 数值修约规则。

9 精密度

本标准的精密度数据由 8 个实验室对 3 个汞元素水平的铜精矿试样进行协同试验,每个实验室对每个水平的样品独立测定 X 次,试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计,方法的重复性限和再现性限见表 1。

表 1 精密度

元素	水平/(μg/g)	重复性限 r	再现性限 R
Hg	0.5~2.0	$r=0.07X^{0.206\ 9}$	$R=0.118X^{0.237\ 9}$
注: X 为两次测定结果的平均值。			

附 录 A  
(资料性附录)  
原子荧光光谱仪工作条件

原子荧光光谱仪工作条件见表 A.1。

表 A.1 典型原子荧光光谱仪工作条件

元素	Hg
负高压/V	360
灯高/mm	8
灯电流/mA	15
载气/(mL/min)	400
屏蔽气(mL/min)	800
读数时间/s	14
延迟时间/s	0.5
测定方式	标准曲线法
读数方法	峰面积

附 录 B  
(资料性附录)  
微波消解仪工作条件

微波消解仪工作条件见表 B.1。

表 B.1 微波消解仪工作条件

温度/℃	压力/Pa	时间/min
180	200	40