

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4572—2016

铜精矿中汞的测定 固体进样-直接测汞仪法

Determination of mercury content in copper concentrates—
Enter solid sampling-direct determination of mercury analysis method

2016-08-23 发布

2017-03-01 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

铜精矿中汞的测定

固体进样-直接测汞仪法

SN/T 4572—2016

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)68533533

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

2018年1月第一版 2018年1月第一次印刷

印数 1—500

*

书号: 155066 • 2-32350 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。

本标准主要起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭芬、杨金坤、苏明跃、宋义。

铜精矿中汞的测定 固体进样-直接测汞仪法

警示——使用本标准的人员应具有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关规定的条件。

1 范围

本标准规定了固体进样直接测汞仪法测定铜精矿中汞含量的方法。

本标准适用于铜精矿中汞含量的测定,测定范围为:0.005 0 $\mu\text{g/g}$ ~15 $\mu\text{g/g}$ 。

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 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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14263 散装浮选铜精矿取样、制样方法

JJG 548 测汞仪检定规程

3 方法提要

在氧气气氛中,试样在分解炉内经干燥和高温热分解,分解产物通过氧气流被送到催化炉中,经除去杂质和催化分解后,试样中的汞高温分解成汞原子,由氧气流带入金质汞齐化管中进行选择性捕集。用氧气吹扫净化系统后,迅速加热齐化管,释放出汞蒸气。汞蒸气被带入单波长光学吸收池,在波长253.65 nm下测量汞的吸光度,采用标准曲线法进行定量。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水或纯度相当的水。

4.1 试剂

4.1.1 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

4.1.2 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。

4.1.3 氧气(O_2),纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.2 试剂配制

4.2.1 硝酸溶液(1+9):量取 10 mL 硝酸(4.1.1)倒入 90 mL 水中,混匀。

SN/T 4572—2016

4.2.2 硝酸溶液(1+19):量取 50 mL 硝酸(4.1.1)倒入 950 mL 水中,混匀。

4.2.3 重铬酸钾溶液(10 g/L),称取 1 g 重铬酸钾(4.1.2)溶于 100 mL 水中。

4.3 标准品

硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 标准品,纯度为 99.99%或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 汞标准储备液(100 $\mu\text{g/mL}$):称取 0.126 g 硝酸汞,用 10 mL 硝酸溶液(4.2.1)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。或者直接使用有证标准溶液。

4.4.2 汞标准使用液(20 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 20 mL 汞标准储备液(4.4.1)于 100 mL 的容量瓶中,加入 1 mL 重铬酸钾溶液(4.2.3),用硝酸溶液(4.2.2)稀释至刻度,混匀。

4.4.3 汞标准使用溶液(1 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 5 mL 汞标准储备液(4.4.1)于 100 mL 的容量瓶中,加入 1 mL 重铬酸钾溶液(4.2.3),用硝酸溶液(4.2.2)稀释至刻度,混匀。

4.4.4 汞标准工作液:

- 高浓度范围的汞标准工作液:准确移取 0 mL、2.50 mL、4.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL、50.00 mL 汞标准使用液(4.4.2)于 100 mL 的容量瓶中,加入 1 mL 重铬酸钾溶液(4.2.3),用硝酸溶液(4.2.2)稀释至刻度,混匀。得到浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、0.8 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 的汞标准工作溶液。
- 低浓度范围的汞标准工作液:准确移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 汞标准使用液(4.4.3)于 100 mL 的容量瓶中,加入 1 mL 重铬酸钾溶液(4.2.3),用硝酸溶液(4.2.2)稀释至刻度,混匀。得到浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.02 $\mu\text{g/mL}$ 、0.03 $\mu\text{g/mL}$ 、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.15 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 的汞标准工作溶液。

5 仪器和设备

5.1 测汞仪,工作原理满足热分解-金汞齐捕集-冷原子吸收检测方法,配备两个或多个检测池,其参考工作条件参见 6.3。仪器应符合 JJG 548 的规定,样品分解温度达到 800 $^{\circ}\text{C}$ 以上。

5.2 电子天平,感量 0.1 mg。

5.3 高温炉,最高工作温度不低于 800 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 精密移液器,量程 0.010 mL~0.100 mL 和 0.100 mL~1.000 mL。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

按照 GB/T 14263 散装浮选铜精矿取样、制样方法进行制备,试样粒度应小于 100 μm 。试样制备完毕后,用纸袋或其他容器密封放入干燥皿中于阴凉处储存待测。

6.2 样品舟的净化

镍质样品舟在使用前可采用超声波清洗器或细砂纸清除残留样品,用蒸馏水清洗干净后,放入马弗炉中,在 800 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30 min,取出,冷却待用。

石英样品舟采用硝酸溶液(4.2.2)浸泡煮沸清洗 20 min,用蒸馏水清洗干净后,烘干,放入马弗炉中,在 800 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 10 min,取出,冷却待用。

6.3 仪器参考条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态,固体进样直接测汞仪检测铜精矿中汞含量仪器设置参考条件如下:

- 干燥温度 300 ℃,干燥时间 30 s;
- 分解温度 850 ℃,分解时间 240 s;
- 催化管加热温度 615 ℃;
- 驱气吹扫管路时间 60 s;
- 齐化管加热温度 850 ℃,齐化管加热时间 12 s;
- 信号记录 30 s;
- 载气流量 200 mL/min。

6.4 标准曲线的制作

使用精密移液器(5.4)分别吸取 0.1 mL 汞标准工作液(4.4.4)于石英样品舟中,相应的汞的含量分别为 0 ng、1 ng、2 ng、3 ng、5 ng、10 ng、15 ng、20 ng、50 ng、80 ng、100 ng、200 ng、500 ng、1 000 ng,按照汞含量由低到高的顺序,按照设定的仪器条件(参见 6.3),在 253.65 nm 处分别测定其吸光度。每个标准溶液测量 2 次,取其平均值,以相应汞的含量(ng)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制两条标准工作曲线。

注:可根据仪器所配置光学池的数量和检测范围,分别绘制多条工作曲线。

6.5 试样量

根据试样的汞含量,按表 1 称取试样量。

表 1 试样量

汞含量/(μg/g)	试样量/g
0.005 0~5.0	0.1
5.0~15	0.05

6.6 测定

6.6.1 空白测定

样品测定前须对仪器本底空白进行测定,即在不进样品的情况下,按照设定的仪器条件(参见 6.3)运行仪器至空白吸光度值趋于稳定。

6.6.2 样品测定

按表 1 称取试样(精确至 0.1 mg)置于镍质样品舟(6.2)中,按照设定的仪器条件(参见 6.3)进行测试,从标准曲线读取试样相应的汞质量。对于同一试样(6.5),至少独立测定 3 次,取其算术平均值。

在每一批样品分析过程中,至少带一个实验室监控样品。

注 1: 因为高含量试验样测试时会有明显的残留,影响下一个低含量样品的测试结果。因此在确保试验样足够均匀的前提下建议减少称样量,并进行空白测试直至不影响下一个样品检测为止。

注 2: 如果试验样的汞含量低,可适当增加测试样品量,但称样量不宜超过 0.5 g。

SN/T 4572—2016

7 结果计算

按式(1)计算试样中汞的质量分数:

$$w(\text{Hg}) = \frac{m}{m_0} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w(\text{Hg})$ ——汞的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- m ——从工作曲线上查得汞的量,单位为纳克(ng);
- m_0 ——试样量,单位为克(g)。

分析结果按 GB/T 8170 的规定进行修约,保留两位有效数字。

8 精密度

精密度数据是在 2014 年由 11 个实验室对汞含量的 6 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的汞含量在重复性条件下独立测定 4 次。共同试验数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析,统计结果表明汞质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 存在线性函数关系,函数关系式计算结果见表 2。

表 2 汞含量的精密度 单位为微克每克

汞的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
	$r=0.039\ 4m+0.003\ 4$	$R=0.066\ 7m+0.014\ 4$



SN/T 4572-2016

书号:155066 • 2-32350
定价: 14.00 元