

GB/T 8220.11—1998

前 言

本标准是对 GB/T 915—1995《铋》附录 J 的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元：标准的起草与表述规则 第 1 部分：标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 915—1995《铋》附录 J。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准主要起草人：杨名臣、严纪良。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法

冷蒸气原子吸收光谱法测定汞量

GB/T 8220-11 1998

Methods for chemical analysis of bismuth
— Determination of mercury content
Cold vapour atomic absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了铋中汞量的测定方法。

本标准适用于铋中汞量的测定。测定范围：0.000 03%~0.000 06%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。在硝酸溶液中，以氯化亚锡作还原剂，用氮气(或干燥空气)作载气，将生成的汞原子蒸气导入汞蒸气测量仪进行测定。当铋量小于汞量的14倍时，不干扰测定。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(1+1)，优级纯。

3.3 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取10 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，溶于100 mL盐酸(1+1)。用时现配。

3.4 重铬酸钾溶液(50 g/L)。

3.5 汞标准贮存溶液：称取0.135 4 g预先用五氧化二磷干燥24 h的氯化汞溶于少量水中，加入50 mL硝酸(3.1)、10 mL重铬酸钾溶液(3.4)，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg汞。

3.6 汞标准溶液：移取10.00 mL汞标准贮存溶液(4.5)于100 mL容量瓶中，加5 mL硝酸(3.1)、1 mL重铬酸钾溶液(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg 汞。

3.7 汞标准溶液：移取1.00 mL汞标准溶液(3.6)于100 mL容量瓶中，加5 mL硝酸(3.1)、1 mL重铬酸钾溶液(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 μg 汞。

4 仪器

冷原子吸收测汞仪。

5 分析步骤

5.1 试料

称取2.000 g试样。

5.2 空白试验

国家质量技术监督局1998-08-19批准

1999-03-01实施

GB/T 8220.11—1998

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于150 mL烧杯中,加入30 mL硝酸(3.1),盖上表皿,待试料完全溶解后,加50 mL水,于电热板上加热,煮沸,驱除氮的氧化物,待试液变清亮且烧杯中无棕色气体后,加1 mL重铬酸钾溶液(3.4),继续煮沸,如溶液褪色,滴加重铬酸钾溶液至颜色不褪,取下,冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 预先将仪器稳定,调好零点,调节载气流量为1.3 L/min。

5.3.3 分取5.00 mL试液(5.3.1)于10 mL比色管中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.4 将试液(5.3.3)移入反应器中,迅速加入1.5 mL氯化亚锡溶液(3.3)并立即盖紧反应器,通入氮气(或干燥空气),记下仪器显示的最大读数。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 预先将仪器稳定,调好零点,调节气流量为1.3 L/min。

5.4.2 移取0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL汞标准溶液(3.7),分别置于一组10 mL比色管中,加2 mL硝酸(3.2)、1滴重铬酸钾溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。以下按5.3.4进行。以汞量为横坐标,读数值为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算汞的百分含量:

$$\text{Hg}(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \cdot V_0 \times 10^{-5}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_2 ——自工作曲线上查得的试料溶液的汞量, μg ;

m_1 ——自工作曲线上查得的随同试料的空白溶液的汞量, μg ;

V_0 ——试液总体积,mL;

V_1 ——分取试液体积,mL;

m_0 ——试料的质量,g。

分析结果应保留两位有效数字。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于0.000 02%。