

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 667.4—2009

化学品氧化铝化学分析方法 第4部分 4A沸石中砷、汞含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法

The testing methods for chemical alumina—
Part 4—Determining concentration of arsenic and
mercury in 4A zeolite by HG-ICP-AES

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
化学品氧化铝化学分析方法
第4部分 4A 沸石中砷、汞含量的测定
氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法
YS/T 667.4—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*

书号: 155066·2-20337

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

YS/T 667《化学品氧化铝化学分析方法》共分为 4 部分：

- 第 1 部分 填料用氢氧化铝及拟薄水铝石中镉、铬、钒含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 2 部分 填料用氢氧化铝及拟薄水铝石中砷、汞、铅含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分 4A 沸石中镉、铬、钒含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分 4A 沸石中砷、汞含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国铝业股份有限公司山东分公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人：张新宇、王云霞、陈建立。

本部分主要验证人：李跃平、赵贵芬。

化学品氧化铝化学分析方法

第4部分 4A 沸石中砷、汞含量的测定

氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

YS/T 667 的本部分规定了 4A 沸石中砷、汞含量的测定方法。

本部分适用于 4A 沸石中砷、汞的测定。测定范围：砷 $5 \times 10^{-5} \% \sim 5 \times 10^{-3} \%$ ；汞 $1 \times 10^{-5} \% \sim 5 \times 10^{-3} \%$ 。

2 方法原理

试料以盐酸溶解，在一定的酸度下，被测元素在氢化物发生器中经过氢化反应得到富集。然后导入氦等离子体光源激发，进行光谱测定。以选择有效的络合剂来屏蔽基体及其他干扰元素对测定的影响。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸 1+1(优级纯经亚沸二次蒸馏)。

3.2 砷标准溶液：此标准储备液(1 mg/mL)由国家标准物质研究中心提供。使用时将上述标准溶液用盐酸(3.1)稀释 100 倍，稀释后的标准溶液 1 mL 含 10 μg 砷。

3.3 汞标准溶液：此标准储备液(1 mg/mL)由国家标准物质研究中心提供。使用时将上述标准溶液用盐酸(3.1)稀释 100 倍，稀释后的标准溶液 1 mL 含 10 μg 汞。

3.4 混合标准溶液：分别准确移取 10.00 mL 砷标准溶液(3.2)、10.00 mL 汞标准溶液(3.3)于 100 mL 容量瓶中，加 20 mL 盐酸(3.1)，再以二次去离子水稀释至刻度，混匀。此混合标准溶液中砷、汞元素浓度均为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.5 铝基体溶液：称取 13.235 0 g 纯铝(>99.999%)于烧杯中，加入 250 mL 盐酸(3.1)，低温加热到溶解完全。移入 500 mL 容量瓶中，冷却至室温，用二次去离子水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 L 含氧化铝 50 g。

3.6 钠基体溶液：称取 5.08 g 光谱纯氯化钠(预先在 500 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中灼烧 1 h，冷却至室温)于烧杯中，加入 30 mL 去离子水盖上表皿，放在电热板上待样品完全溶解后，移入 100 mL 容量瓶中，冷却至室温，以二次去离子水稀释至刻度，此溶液 1 L 含 20 g 钠。

3.7 10 g/L 碘化钾-10 g/L 坏血酸和 50 g/L 硫脲混合溶液：称取 1 g 碘化钾、1 g 抗坏血酸和 5 g 硫脲，溶于 100 mL 水中，摇匀。

3.8 硼氢化钠溶液：称取 1.5 g 硼氢化钾于 100 mL 烧杯中，加入 1~2 粒固体氢氧化钠，加入 100 mL 水溶解。此溶液 1 L 含硼氢化钠 15 g。

3.9 高纯氦气(>99.999%)。

4 仪器

全谱直读等离子体发射光谱仪；氢化物发生器。

5 试样

试样于 105 $^{\circ}\text{C} \pm 5 ^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 1 h。置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。