



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.11—2009
代替 YS/T 536.11—2006

铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法

Method for chemical analysis of bismuth—
Determination of mercury content—
Atomic fluorescence spectrometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 536—2009《铋化学分析方法》分为 13 个部分：

- YS/T 536.1 铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二脒分光光度法；
- YS/T 536.2 铋化学分析方法 铁量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.3 铋化学分析方法 铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- YS/T 536.4 铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.5 铋化学分析方法 锌量的测定 固液萃取分离-火焰原子吸收光谱法；
- YS/T 536.6 铋化学分析方法 铅量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.7 铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.8 铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- YS/T 536.9 铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法；
- YS/T 536.10 铋化学分析方法 锡量的测定 铍共沉淀-分光光度法；
- YS/T 536.11 铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.12 铋化学分析方法 镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.13 铋化学分析方法 镉量的测定 电热原子吸收光谱法。

本部分为第 11 部分。

本部分代替 YS/T 536.11—2006(原 GB/T 8220.11—1998)《铋化学分析方法 冷蒸气原子吸收光谱法测定汞量》。与 YS/T 536.11—2006 相比,本部分主要有如下变动:

- 采用原子荧光光谱法替代冷蒸气原子吸收光谱法；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司负责起草。

本部分由陕西东岭冶炼有限责任公司起草。

本部分由广州有色金属研究院、株洲冶炼集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:周伟、李雪、景海军。

本部分主要验证人:刘天平、戴凤英、周志平、张东光。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 536.11—2006。

铋化学分析方法

汞量的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了铋中汞量的测定。

本部分适用于铋中汞量的测定。测定范围(质量分数):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,用氩气作载气,将生成的汞原子蒸气导入原子荧光光谱仪进行测定。

3 试剂

3.1 市售试剂

硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(7+93)

3.2.2 氯化亚锡溶液(15 g/L):称取 1.5 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 盐酸(5+95),用时现配。

3.2.3 重铬酸钾溶液(50 g/L)。

3.3 标准溶液

3.3.1 汞标准贮存溶液:称取 0.135 4 g 预先用硫酸干燥器干燥 24 h 的氯化汞(质量分数 \geq 99.9%)溶于少量水中,加入 50 mL 硝酸(3.1),10 mL 重铬酸钾溶液(3.2.3),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。

3.3.2 汞标准溶液 A:移取 10 mL 汞标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.1)、1 mL 重铬酸钾溶液(3.2.3)用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μ g 汞。

3.3.3 汞标准溶液 B:移取 1.00 mL 汞标准溶液 A(3.3.2)于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.1)、1 mL 重铬酸钾溶液(3.2.3)用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.1 μ g 汞。

4 仪器及装置

原子荧光光谱仪,附汞高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

检出限:不大于 1 ng/mL。

精密度:用 0.1 μ g/mL 的汞标液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度 5.0%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.9。

原子荧光光谱仪的参考工作条件:灯电流:35 mA;负高压:275 V;载气流量:700 mL/min;读数时间:18 s;延时时间:6 s。