

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2638.5—2013

锰矿中砷、汞元素测定 微波消解-原子荧光光谱法

Determination of arsenic and mercury content in manganese ore—
Microwave digestion-atomic fluorescence spectrometry method

2013-11-06 发布

2014-06-01 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

SN/T 2638 共分为 5 个部分：

- 第 1 部分：进出口锰矿石中锰、铁、硅、铝、钙、镁、钛、钾和磷元素的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 2 部分：进出口锰矿石中铁、铝、镁、钙、钛、磷、镍、铜、锌的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：进出口锰矿石中硫含量的测定 高温燃烧红外线吸收法；
- 第 4 部分：进出口锰矿石中硫含量的测定 高频感应电炉燃烧红外线吸收法；
- 第 5 部分：锰矿中砷、汞元素测定 微波消解-原子荧光光谱法。

本部分为 SN/T 2638 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：魏红兵、苏明跃、杨丽飞、郭芬、李权斌、王虹、马德起、胡德新。

锰矿中砷、汞元素测定 微波消解-原子荧光光谱法

1 范围

SN/T 2638 的本部分规定了微波消解-原子荧光光谱法测定锰矿中砷、汞元素含量的方法。

本部分适用于锰矿中砷、汞的测定。测定范围：砷测定下限为 $10 \mu\text{g/g}$ ，汞测定下限为 $0.1 \mu\text{g/g}$ 。

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 2011 散装锰矿石取样、制样方法

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 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

JJG 939 原子荧光光度计

3 原理

采用盐酸、硝酸在密闭微波消解器中消解锰矿样品。按溶液中砷、汞浓度分别稀释试液。测定砷时先用预还原剂将试液中的 As(V) 还原为 As(III) ，测定汞则无需预还原。采用氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷、汞含量。

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 抗坏血酸：优级纯。

4.2 硫脲：优级纯。

4.3 硼氢化钾：优级纯。

4.4 硼酸：优级纯。

4.5 氢氧化钾：优级纯。

4.6 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)：优级纯。

4.7 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)：优级纯。

4.8 氢氟酸($\rho=1.12 \text{ g/mL}$)：优级纯。

4.9 饱和硼酸溶液：由硼酸(4.4)配制。

4.10 抗坏血酸溶液(50 g/L)：称取 10 g 抗坏血酸(4.1)，用水溶解稀释至 200 mL，现用现配。

4.11 硫脲-抗坏血酸混合溶液(100 g/L)：称取 10 g 硫脲(4.2)和 10 g 抗坏血酸(4.1)，用水溶解稀释至