

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1031.1—2012
代替 SN/T 1031.1—2001

出口粗氧化锑化学分析方法 第 1 部分：汞含量的测定

Chemical analysis of crude antimony trioxide for export—
Part 1: Determination of mercury content

2012-05-07 发布

2012-11-16 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 1031《出口粗氧化铊化学分析方法》共分为七个部分：

- 第1部分：汞含量的测定；
- 第2部分：总铊量的测定；
- 第3部分：三氧化二铊含量的测定；
- 第4部分：氟含量的测定；
- 第5部分：硒含量的测定；
- 第6部分：铅、铁含量的测定；
- 第7部分：砷含量的测定。

本部分为 SN/T 1031 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 1031.1-2001《出口粗氧化铊化学分析方法 汞含量的测定》。

本部分与 SN/T 1031.1-2001 相比，主要技术变化如下：

- 增加前言部分的说明；
 - 增加了第 2 章“规范性引用文件”；
- 修改了第 5 章“微波消解仪”的名称和技术指标(见 5.2)，并将第 7 章中微波消解仪的使用功率修改为 320 W(见 5.2)；
- 明确了第 7 章的称样量(见 7.1)和分取体积(表 1)；
- 增加了第 8 章对精密度的说明。

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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：彭速标、郑建国、翟翠萍、钟志光、卢振国、钟沛余、黄文娟、罗宇梅、何颖贤、李锦兴。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

SN/T 1031.1—2001。

出口粗氧化铈化学分析方法

第1部分：汞含量的测定

警告：使用 SN/T 1031—2012 本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

SN/T 1031 的本部分规定了采用冷蒸汽原子吸收分光光度法测定出口粗氧化铈中汞含量的方法。本部分适用于出口粗氧化铈中汞含量的测定。测定范围：0.000 05%~0.01%（质量分数）。

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

3 方法提要

试料用盐酸、氯化钾和酒石酸经微波炉消解，所得溶液用测汞仪在波长 253.7 nm 处测定汞的吸光度。在工作曲线上查得汞量，从而计算出样品中汞的含量。

4 试剂

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 4.1 高纯锡：纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 4.2 氯化汞：纯度 $\geq 99.9\%$ 。
- 4.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 4.4 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 4.5 氯化钾溶液(20 g/L)。
- 4.6 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 4.7 酒石酸溶液(40 g/L)。
- 4.8 高锰酸钾溶液(50 g/L)。
- 4.9 王水稀释液：移取 2 mL 硝酸(4.4)、6 mL 盐酸(4.3)和 90 mL 水，混匀。
- 4.10 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10 g 氯化亚锡于烧杯中，加入 18 mL 盐酸(4.3)，加热溶解。冷却，用蒸馏水稀释至 100 mL，混匀。如有沉淀则过滤，加几粒高纯锡(4.1)，移入棕色瓶中保存。
- 4.11 汞标准储备液(1.0 mg/mL)：称取 0.135 4 g 经硫酸干燥器中干燥的氯化汞(4.2)于 100 mL 烧杯中，加入 6 mL 盐酸(4.3)和 2 mL 硝酸(4.4)，置于蒸汽浴上溶解。冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用