

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3521—2013

进口煤炭中砷、汞含量的同时测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Simultaneous determination of arsenic and mercury content in coal—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2013-03-01 发布

2013-09-16 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘曙、金樱华、闵红、蒋海宁、王凯、陈宗宏、周海明、张旭龙。

进口煤炭中砷、汞含量的同时测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了进口煤炭中砷、汞含量的微波消解-原子荧光光谱同时测定方法。

本标准适用于进口煤炭空气干燥基中砷、汞含量的检测,砷、汞的测定下限:砷 0.16 $\mu\text{g/g}$ 、汞 0.01 $\mu\text{g/g}$ 。

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 474 煤样的制备方法

GB 475 商品煤样人工采取方法

GB/T 19494.1 煤炭机械化采样 第1部分:采样方法

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备

3 方法提要

试样经微波消解后,在稀硝酸介质中,先用硫脲-抗坏血酸预还原五价的砷为三价的砷,然后再用硼氢化钾做还原剂,使试样中的砷和汞被还原为氢化砷气体和汞蒸气,用氩气为载气导入原子化器中,于双道原子荧光光谱仪上同时测定砷、汞原子的荧光强度,分析煤炭中砷和汞的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用确认为分析纯及以上的试剂,水为二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 硼氢化钾。

4.2 氢氧化钠。

4.3 硫脲。

4.4 抗坏血酸。

4.5 重铬酸钾。

4.6 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$):优级纯。

4.7 硝酸(3+9)。

4.8 硝酸(1+9)。

4.9 氢氟酸($\rho=1.14 \text{ g/mL}$)。

4.10 过氧化氢:含量 $\geq 30\%$ 。

4.11 饱和硼酸溶液:称取 5.0 g 硼酸于烧杯中,加入 100 mL 水,加热溶解,室温下冷却,备用。

4.12 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 2.5 g 氢氧化钠(4.2)、10 g 硼氢化钾(4.1),用水溶解并稀释到 500 mL,现用现配。