



中华人民共和国国家标准

GB/T 31949—2015

GB/T 31949—2015

锰矿石 汞含量的测定 固体进样直接测定法

Manganese ores—Determination of mercury content—
Solid sampling and direct mercury analysis method

中华人民共和国
国家标准
锰矿石 汞含量的测定
固体进样直接测定法
GB/T 31949—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

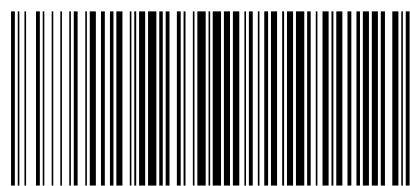
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2015年10月第一版 2015年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-52596 定价 16.00 元

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)68510107



GB/T 31949—2015

2015-09-11 发布

2016-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(资料性附录)
直接测汞仪的原理和参数

A.1 直接测汞仪系统原理图

见图 A.1。

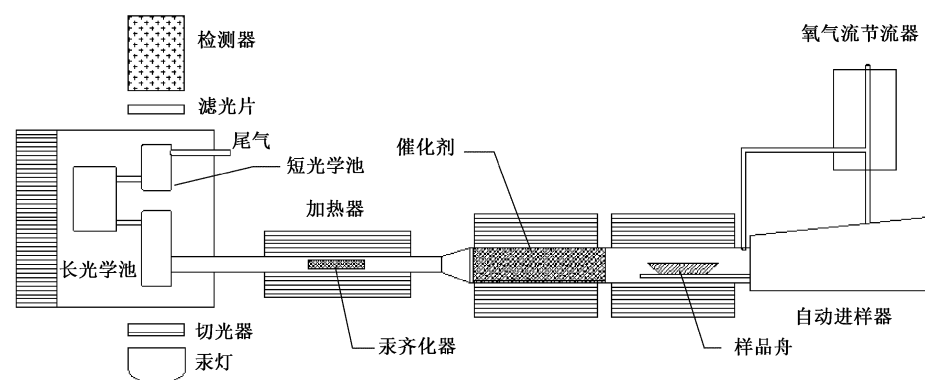


图 A.1 直接测汞仪原理图

A.2 仪器参数

固体进样直接测汞仪器的设定参数应以保证样品中汞能得到充分分解和有效检测为前提,不同仪器的设定参数有可能不同。表 A.1 中给出的参数经证明是可行的。

表 A.1 仪器工作条件

工作条件	参数
干燥温度/℃	300
干燥时间/s	30
分解温度/℃	850
分解时间/s	240
催化管加热温度/℃	615
驱气吹扫管路时间/s	60
齐化器加热温度/℃	850
齐化器加热时间/s	12
信号记录/s	30
载气流量/(mL/min)	200

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本标准起草单位:天津出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:谷松海、郭芬、苏明跃、杨金坤、李权斌、王虹、宋义、王昊云、胡德新、陈自斌。

8.2 结果的一般处理

8.2.1 精密度

本标准的精密度是于 2013 年选择 5 个水平的锰矿石样品,由 11 个实验室共同试验并按 GB/T 6379.2 统计分析确定的,精密度数据见表 2。

表 2 精密度

元素	R_d	P	σ_d	σ_L
Hg	$R_d = 0.004 1 + 0.039 3X$	$P = 0.004 3 + 0.086 6X$	$\sigma_d = 0.001 5 + 0.014 0X$	$\sigma_L = 0.001 5 + 0.030 9X$
式中: X —— 试样中汞元素两次测定结果的平均值; R_d —— 实验室内允许差(重复性); P —— 实验室间允许差; σ_d —— 实验室内标准偏差; σ_L —— 实验室间标准偏差。				

8.2.2 分析结果的确定

按照附录 B 中步骤,根据式(1)计算独立重复测量结果,与实验室内允许差 R_d 进行比较。

8.2.3 实验室间精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报告的最终结果之间的一致性。两个实验室按照 8.2.2 中规定的相同步骤报告结果后,按式(2)计算:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

μ_1 —— 实验室 1 报告的最终结果;

μ_2 —— 实验室 2 报告的最终结果;

μ_{12} —— 最终结果的平均值。

如果 $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$ 见(8.2.1),最终结果是一致的。

8.2.4 分析值的验收

分析方法的可靠性可使用认证标准样品(CRM)或标准样品(RM)进行验证。CRM/RM 的分析结果(A)与标准值(A_c)进行比较,有两种可能:

a) $|A_c - A| \leq C$, 报告结果与标准值之间无显著差异;

b) $|A_c - A| > C$, 报告结果与标准值之间有显著差异。

式中:

A —— CRM/RM 的报告结果;

A_c —— 标准样品的标准值;

C —— 取决于所使用的 CRM/RM 类型而确定的值。

对通过实验室间认证的标准样品,按式(3)计算:

锰矿石 汞含量的测定 固体进样直接测定法

警告——使用本标准的人员应具有正规实验室工作的实践经验。本标准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规定的条件。

1 范围

本标准规定了固体进样直接测定法测定汞含量的方法。

本标准适用于锰矿石汞含量的测定,测定范围为:0.005 $\mu\text{g/g}$ ~ 5.00 $\mu\text{g/g}$ 。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 548 测汞仪检定规程

3 原理

在氧气气氛中,试样在分解炉内经干燥和高温热分解,分解产物通过氧气流被送到催化炉中,经除去杂质和催化分解后,试样中的汞高温分解成汞原子,由氧气流带入金质汞齐化器中进行选择性捕集。用氧气吹扫净化系统后,迅速加热汞齐化器,释放出汞蒸气。汞蒸气被带入单波长光学吸收池,在波长 253.65 nm 下测量汞的吸光度,采用标准曲线法进行定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水或同质水。

4.1 硝酸, $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.2 硝酸溶液, 1+19。

4.3 重铬酸钾。

4.4 重铬酸钾溶液, 10 g/L。称取 1 g 重铬酸钾(见 4.3)溶于 100 mL 水中。

4.5 汞标准储备溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$ 。按 GB/T 602 方法配制,或者直接使用有证标准物质。

4.6 汞标准溶液, 20 $\mu\text{g/mL}$ 。准确移取 20 mL 汞标准储备溶液(见 4.5)于 100 mL 的容量瓶中,加入