

ICS 73.080
D 51



中华人民共和国国家标准

GB/T 29875—2013

GB/T 29875—2013

磷矿石和磷精矿中铅、砷、汞含量的测定

Determination of lead, arsenic, mercury in phosphate rock and concentrate

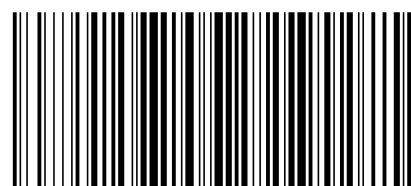
中华人民共和国
国家标准
磷矿石和磷精矿中铅、砷、汞含量的测定
GB/T 29875—2013

*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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 1 字数 22 千字
2014年2月第一版 2014年2月第一次印刷

*
书号: 155066·1-48098 定价 18.00 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 29875-2013

2013-11-12 发布

2014-05-01 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

4.4.2.7 允许差

平行测定结果的相对偏差应不大于表 7 所列允许差。

表 7 允许相对偏差

汞(Hg)含量/%	允许相对偏差/%
<0.000 1	100
0.000 1~0.001 0	50
>0.001 0	20

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写。
本标准由中国石油和化学工业联合会提出。
本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。
本标准主要起草单位：中蓝连海设计研究院、云南磷化集团有限公司、中国蓝星(集团)股份有限公司、瓮福(集团)有限责任公司、四川宏达股份有限公司、连云港出入境检验检疫局。
本标准主要起草人：张晓梅、张文学、周建军、张仁忠、欧运凤、夏新媛。

注 1: 样液不能蒸干, 否则结果会偏低。

注 2: 若试样中汞含量较高, 可减少称样量或稀释处理后按以下步骤进行。

4.4.1.4.4 参照仪器使用说明书, 将原子荧光光谱仪各参数调至最佳状态, 用硝酸溶液(4.4.1.2.4)作载液, 硼氢化钾溶液(4.4.1.2.6)作还原剂, 依次测量试样溶液、空白试验溶液的荧光值, 其荧光值即相应浓度值。

4.4.1.5 工作曲线的绘制

4.4.1.5.1 吸取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 的汞标准溶液(4.4.1.2.10), 分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硝酸溶液(4.4.1.2.3), 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列中汞的浓度为 0.0 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、3.0 ng/mL、4.0 ng/mL、5.0 ng/mL。

4.4.1.5.2 与试样溶液相同条件下测量汞标准系列溶液的荧光值, 减去试剂空白溶液的荧光值。以汞质量浓度为横坐标, 相应的荧光值为纵坐标绘制工作曲线。

4.4.1.6 结果计算

以质量分数 w_4 表示的汞(Hg)的含量, 按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{\rho_4 \times 100 \times 10^{-9}}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ρ_4 ——从工作曲线上查得的汞质量浓度的数值, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

m_4 ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

4.4.1.7 允许差

平行测定结果的相对偏差应不大于表 6 所列允许差。

表 6 允许相对偏差

汞(Hg)含量/%	允许相对偏差/%
<0.000 1	100
0.000 1~0.001 0	50
>0.001 0	20

4.4.2 汞含量的测定 氢化物发生-原子吸收光谱法

4.4.2.1 方法提要

试样用盐酸-硝酸溶解, 在酸性条件下, 试样中汞被硼氢化钾还原成原子态汞, 由载气(氩气)将汞蒸汽载入原子吸收光谱仪, 汞原子蒸汽对波长 253.7 nm 的紫外光具有强烈的吸收作用。在一定浓度的范围内, 其吸光度的大小与汞蒸汽浓度成正比, 以工作曲线法求出磷矿样品中汞的含量。

4.4.2.2 试剂和溶液

4.4.2.2.1 盐酸(优级纯)。

4.4.2.2.2 硝酸(优级纯)。

4.4.2.2.3 硝酸溶液:1+1。

磷矿石和磷精矿中铅、砷、汞含量的测定

1 范围

本标准规定了磷矿石和磷精矿中铅、砷、汞含量的测定方法。

本标准适用于磷矿石和磷精矿中铅含量大于 0.001 0%、砷含量大于 0.000 2%、汞含量大于 0.000 01% 的测定。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

3 试样

试样通过符合 GB/T 6003.1 规定的 125 μ m 试验筛, 于 105 $^{\circ}$ C~110 $^{\circ}$ C 干燥 2 h 以上, 置于干燥器中冷却至室温。

4 试验方法

4.1 总则

除非另有说明, 分析中仅使用确认为分析纯或分析纯以上级别的试剂, 所用水需满足 GB/T 6682 要求的二级水。标准中所用试剂和溶液的配制, 在未注明配制方法时, 均应按 GB/T 602、GB/T 603 的规定。

4.2 铅含量的测定 原子吸收光谱法

4.2.1 方法提要

试样用盐酸-硝酸溶解, 在稀硝酸介质中, 使用乙炔-空气火焰, 于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处测量试样溶液的吸光度, 同时扣除背景干扰, 以工作曲线法求出磷矿样品中铅的含量。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 盐酸(优级纯)。

4.2.2.2 硝酸(优级纯)。

4.2.2.3 硝酸溶液:1+1。