

ICS 77.120.99  
G 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.10—2009

GB/T 3253.10—2009

## 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—  
Determination of mercury content—  
Atomic fluorescence spectrometric method

中华人民共和国  
国家标准  
锑及三氧化二锑化学分析方法  
汞量的测定  
原子荧光光谱法  
GB/T 3253.10—2009

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

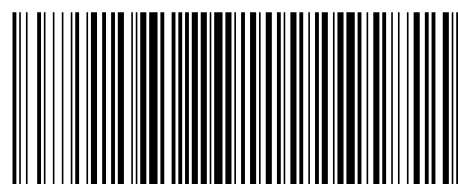
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

书号:155066·1-37496 定价 14.00 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)68533533



GB/T 3253.10—2009

2009-04-08 发布

2010-02-01 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

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比,应不小于0.8。

仪器参考工作条件:

- 灯电流:20 mA;
- 负高压:260 V;
- 载气流量:400 L/min;
- 屏蔽气流量:900 L/min。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 1 g。

表1 试料量

汞的质量分数/%	试料量/g
0.000 020~0.000 060	0.50
>0.000 060~0.000 15	0.20
>0.000 15~0.000 3	0.10

### 5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于100 mL烧杯中,加入10 mL王水(3.4),盖上表面皿,于电炉上低温溶解清亮,并加热煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,加1 mL重铬酸钾溶液(3.8),并补加10 mL盐酸(3.2),移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2 移取试液5 mL于25 mL容量瓶中,加入5.0 mL盐酸(3.2)以水定容,混匀。

5.4.3 在原子荧光光谱仪上,用盐酸(3.5)作载流,用硼氢化钾溶液(3.7)作还原剂,以汞特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液的荧光强度,减去随同试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查得相应汞的浓度。

### 5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL汞标准溶液B(3.9.3)于一组100 mL容量瓶中,分别加入盐酸(3.2)5 mL,1 mL重铬酸钾溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度。以汞浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

汞含量以汞的质量分数 $w(\text{Hg})$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Hg}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$ ——自工作曲线上查得汞的浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng/mL}$ );

$V_0$ ——试液定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$V_2$ ——待测试液定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

# 前 言

GB/T 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有11个部分:

- GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法;
- GB/T 3253.2—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- GB/T 3253.3—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- GB/T 3253.4—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法;
- GB/T 3253.5—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- GB/T 3253.6—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法;
- GB/T 3253.7—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法;
- GB/T 3253.8—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法;
- GB/T 3253.9—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- GB/T 3253.10—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法;
- GB/T 3253.11—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铊量的测定 原子吸收光谱法。

本部分为第10部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位:湖南出入境检验检疫局、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人:吴东华、宋应球、毛晓红、陈新焕、袁玉霞、杨万彪。