



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4658—2016

萤石中砷、汞含量的同时测定 微波消解-原子荧光光谱法

Simultaneous determination of arsenic and mercury content in fluorspar—
Microwave digestion-atomic fluorescence spectrometry

行业标准信息服务平台

2016-12-12 发布

2017-07-01 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

本标准根据 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。

本标准主要起草人：徐杰、秦晔琼、徐鼎、陈杰、周海明、刘曙。

行业标准信息平台

萤石中砷、汞含量的同时测定 微波消解-原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了萤石中砷、汞含量的微波消解-原子荧光光谱同时测定方法。

本标准适用于萤石中砷、汞含量的检测。砷、汞的测定下限：砷 $0.39 \mu\text{g/g}$ ，汞 $0.02 \mu\text{g/g}$ 。

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 6379.2 测量方法与测量结果的准确度（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 21191 原子荧光光谱仪

GB/T 22564 萤石 取样和制样

YB/T 5217 萤石

3 方法提要

试样经微波消解后，在盐酸介质中，先用硫脲-抗坏血酸将砷(V)还原为砷(III)，在氢化物发生器中，砷和汞分别被硼氢化钾还原为其氢化物，由氙气导入原子化器中，于双道原子荧光光谱仪上同时测定砷、汞原子的荧光强度，按标准曲线法计算萤石中砷和汞的含量。

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，水为符合 GB/T 6682 规定的二级水或相当纯度的水。

4.1 过氧化氢：含量 $\geq 30\%$ 。

4.2 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)：优级纯。

4.3 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)：优级纯。

4.4 硼氢化钾。

4.5 氢氧化钠。

4.6 硫脲。

4.7 抗坏血酸。

4.8 重铬酸钾。

4.9 硝酸(1+9)：1体积硝酸(4.2)与9体积水混匀。

4.10 盐酸(1+1)：1体积盐酸(4.3)与1体积水混匀。

4.11 硼氢化钾溶液(20 g/L)：称取 10 g 硼氢化钾(4.4)、2.5 g 氢氧化钠(4.5)，用水溶解并稀释到