

镓化学分析方法
冷原子吸收分光光度法测定汞量

UDC 669.871:543
.42:546.49

GB 4375.11—84

Methods for chemical analysis of gallium
The cold vapor atomic absorption
spectrophotometric method for
the determination of mercury content

本标准适用于镓中汞的测定。测定范围：0.000020~0.00010%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硝酸、硫酸溶解，以氯化亚锡作还原剂，用空气作载气，将生成的汞原子蒸气导入汞蒸气测量仪进行测定。

2 试剂

2.1 硝酸，优级纯（比重1.42）。

2.2 硫酸，优级纯（1+1）。

2.3 硫酸，优级纯（1+35）。

2.4 氯化亚锡溶液（10%）：称取10g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于100ml盐酸（1+1）中。用时现配。

2.5 汞标准贮存溶液：称取1.000g纯汞（99.9%以上），置于250ml烧杯中，加入20~30ml硝酸（1+1），放入通风橱中慢慢加热溶解，待溶解完全后加水稀释，移入1000ml容量瓶中并用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.0mg汞。

2.6 汞标准溶液：移取10.00ml汞标准贮存溶液（2.5），置于100ml容量瓶中，加入1ml硝酸（2.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100 μg 汞。

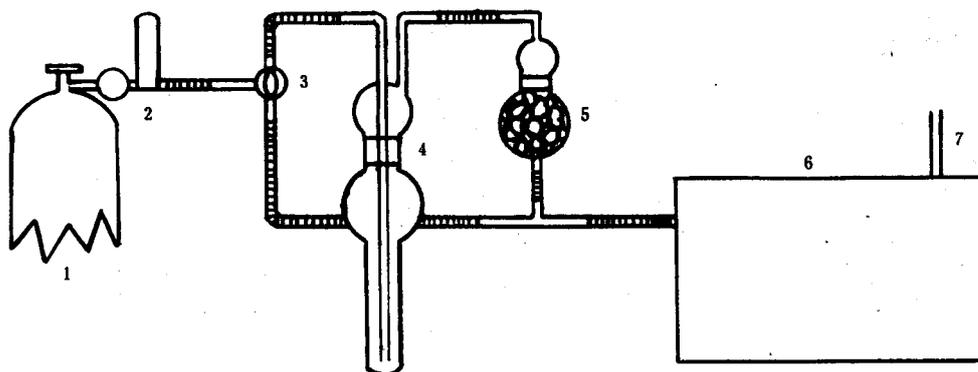
2.7 汞标准溶液：移取10.00ml汞标准溶液（2.6），置于100ml容量瓶中，加入1ml硝酸（2.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10 μg 汞。

2.8 汞标准溶液：移取10.00ml汞标准溶液（2.7），置于100ml容量瓶中，加入1ml硝酸（2.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1 μg 汞。

2.9 压缩空气（钢瓶装，或由空压机产生）。

3 仪器与装置

汞蒸气测量仪及附属装置见图。



汞蒸气测量仪及附属装置图

1—压缩空气；2—氧气表；3—三通活塞；4—反应器；
5—氯化钙管；6—汞蒸气测量仪；7—废气排出管

所用汞蒸气测量仪应达到下列指标：

最低灵敏度：工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸收值读数应不低于140。

工作曲线线性：等差浓度标准溶液中，最高与次高浓度标准溶液的吸收值读数之差，应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸收值读数差值的0.9倍。

最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸收值读数相对于最高浓度标准溶液吸收值读数平均值的变异系数，应分别小于4.5%和1.6%。最低稳定性中变异系数的计算见附录A（补充件）。

4 分析步骤

4.1 测定数量

称取两份试样进行测定，取其平均值。

4.2 试样量

称取0.2000g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样（4.2）置于50ml石英烧杯中，加入2ml硝酸（2.1）、1ml硫酸（2.2），盖上表皿，待剧烈反应停止后移至约150℃电炉上加热，使试样完全溶解，继续加热驱除氮的氧化物，待试液变清亮并且烧杯中无棕色气体后，取下烧杯放置片刻，用水将溶液移入比色管中并稀释至20.00ml。

4.4.2 预先将仪器稳定，调好零点，调节空气流量为1.5l/min。将试液（4.4.1）全部移入反应器中，迅速加入1ml氯化亚锡溶液（2.4）并立即盖紧反应器，旋转三通活塞，向反应器中通入空气，记下最大的读数值。从工作曲线上查出相应的汞量。

4.5 工作曲线的绘制

移取0、0.05、0.10、0.20、0.30ml汞标准溶液（2.8），分别置于一组比色管中，用硫酸（2.3）稀释至20.0ml。以下按4.4.2款进行。以汞量为横坐标，读数值为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算汞的百分含量：

$$\text{Hg} (\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中： m_2 ——自工作曲线上查得的试样溶液中的汞量， μg ；

m_1 ——自工作曲线上查得的随同试样的空白溶液中的汞量， μg ；

m_0 ——试样量，g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

汞 量	允 许 差
0.00002~0.00005	0.00001
>0.00005~0.00010	0.00002

%

附录 A
最低稳定性变异系数的计算
(补充件)

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度数的变异系数计算公式如下：

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{O}} \sqrt{\frac{\sum (O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： S_c ——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；
 C ——最高浓度标准溶液吸光度；
 \bar{C} ——最高浓度标准溶液吸光度的平均值；
 n ——测量次数；
 S_o ——零浓度溶液吸光度的百分变异系数；
 O ——零浓度溶液吸光度；
 \bar{O} ——零浓度溶液吸光度的平均值。

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司有色金属研究总院负责起草。

本标准主要起草人刘玉龙。