



中华人民共和国国家标准

GB/T 8152.11—2023

代替 GB/T 8152.11—2006

铅精矿化学分析方法 第 11 部分：汞含量的测定 原子荧光光谱法和固体进样直接法

Methods for chemical analysis of lead concentrates—
Part 11: Determination of mercury content—Atomic fluorescence
spectrometry and direct mercury determining with solid injection method

2023-05-23 发布

2023-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 8152《铅精矿化学分析方法》的第 11 部分，GB/T 8152 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 酸溶解-EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铅量的测定 硫酸铅沉淀-EDTA 返滴定法；
- 第 3 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 4 部分：锌量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：极谱法测定铋量；
- 第 7 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：二硫代二安替比林甲烷分光光度法测定铋量；
- 第 9 部分：氧化镁的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：汞含量的测定 原子荧光光谱法和固体进样直接法；
- 第 12 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体-原子发射光谱法；
- 第 14 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 15 部分：可溶性铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：铝、镁、铁、铜、锌、镉、砷、锑、铋、钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替 GB/T 8152.11—2006《铅精矿化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法》。与 GB/T 8152.11—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围，将“测定范围：0.000 1%~0.50%”改为“方法 1 测定范围：0.000 10%~0.500%；方法 2 测定范围：0.000 001 0%~0.025 0%”（见第 1 章，2006 年版的第 1 章）；
- b) 增加了试剂的要求并更改了水的要求（见 4.2，2006 年版的第 3 章）；
- c) 增加了样品干燥条件（见 4.4）；
- d) 更改了工作曲线的绘制（见 4.5.5，2006 年版的 5.4.1）；
- e) 增加了方法 2 固体进样直接法（见第 5 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：防城海关综合技术服务中心、株洲冶炼集团股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、兰州海关技术中心、葫芦岛锌业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、广西壮族自治区冶金产品质量检验站、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、连云港海关综合技术中心、山东省地质矿产勘查开发局第六地质大队、锦州海

关综合技术服务中心、大冶有色设计研究院有限公司。

本文件主要起草人：黎香荣、谢喜清、罗明贵、于亮、江荆、胡胭脂、谢毓群、伍斯静、马鑫、黄园、卓毓瑞、李冬梅、林葵、侍金敏、韦猛、胡永玫、苏利明、赵秀荣、郭家兴、丁艳、韦新红、潘晓玲、王恒、李婵贞、吕高兴、李晓瑜、兰淑惠、严伟强、黄祖林、周瑞华、田琼、黄基宁。

本文件于 2006 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

铅精矿是生产金属铅、铅合金、铅化合物等的主要原料,铅在我国有色金属消费中仅次于铜、铝、锌。GB/T 8152《铅精矿化学分析方法》规定了铅精矿中各元素含量的化学分析方法,旨在满足铅精矿质量仲裁和检验的需求。

GB/T 8152 由 17 个部分组成:

- 第 1 部分:铅量的测定 酸溶解-EDTA 滴定法;
- 第 2 部分:铅量的测定 硫酸铅沉淀-EDTA 返滴定法;
- 第 3 部分:三氧化二铅量的测定 铬天青 S 分光光度法;
- 第 4 部分:锌量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 5 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 6 部分:极谱法测定铋量;
- 第 7 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:二硫代二安替比林甲烷分光光度法测定铋量;
- 第 9 部分:氧化镁的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:汞含量的测定 原子荧光光谱法和固体进样直接法;
- 第 12 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分:铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体-原子发射光谱法;
- 第 14 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 15 部分:可溶性铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 17 部分:铝、镁、铁、铜、锌、镉、砷、锑、铋、钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

GB/T 8152.11—2006 采用原子荧光光谱仪测定铅精矿中汞含量。本次修订增加了固体进样直接法。固体进样直接法的样品分解、测定在一个全封闭的系统内完成,克服了汞元素易挥发损失的弊端,本方法灵敏度高、检测下限低、样品分析时间短、自动化程度高、减少了腐蚀性试剂的使用,是一种更先进、更环保的检测技术。新增的固体进样直接法是对原子荧光光谱法的有力补充。

铅精矿化学分析方法

第 11 部分：汞含量的测定

原子荧光光谱法和固体进样直接法

1 范围

本文件描述了铅精矿中汞含量的测定方法。

本文件适用于铅精矿中汞含量的测定。方法 1 为原子荧光光谱法，测定范围(质量分数)：0.000 10%~0.500%；方法 2 为固体进样直接法，测定范围(质量分数)：0.000 001 0%~0.0250%。

汞含量(质量分数)范围为 0.000 10%~0.025 0%的铅精矿以方法 2 作为仲裁法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法 1 原子荧光光谱法

4.1 原理

试料用盐酸、硝酸溶解，在氢化物发生器中，汞被硼氢化钾还原成原子态，由载气(氩气)带入原子化器中，在汞空心阴极灯照射下，基态汞原子被激发至高能态，再由高能态回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与汞含量成正比，采用标准曲线法计算汞含量。

4.2 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

4.2.1 水，GB/T 6682，二级水。

4.2.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)，优级纯。

4.2.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)，优级纯。

4.2.4 盐酸(1+19)。

4.2.5 硝酸(1+19)。

4.2.6 二氯化汞，优级纯。

4.2.7 氢氧化钾溶液(50 g/L)：称取 50 g 氢氧化钾溶于 1 000 mL 水中。

4.2.8 硼氢化钾溶液：称取 0.5 g 硼氢化钾溶解于 1 000 mL 氢氧化钾溶液(4.2.7)中，用时现配。

4.2.9 重铬酸钾溶液(10 g/L)：称取 1 g 重铬酸钾溶于 100 mL 水中。