



中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.10—2016

工业硅化学分析方法 第 10 部分：汞含量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 10: Determination of mercury content—
Atomic fluorescence spectrometry method

2016-08-29 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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 14849《工业硅化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 2 部分：铝含量的测定 铬天青-S 分光光度法；
- 第 3 部分：钙含量的测定；
- 第 4 部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：杂质元素含量的测定 X 射线荧光光谱法；
- 第 6 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 7 部分：磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：铜含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第 10 部分：汞含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：铬含量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法。

本部分为 GB/T 14849 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：昆明冶金研究院、北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：云南永昌硅业股份有限公司、通标标准技术服务(天津)有限公司、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、云南出入境检验检疫局、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：刘英波、罗舜、杨毅、陈殿耿、王立、唐飞、杨琛、段坤艳、滕亚君、周杰、杨海岸、赵德平、刘维理、陈映纯、蒯丽君、程堆强、麦丽碧。

工业硅化学分析方法

第 10 部分：汞含量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中汞含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中汞含量的测定,测定范围:0.000 010%~0.001 0%。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示及判定

3 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸冷溶解,在硝酸介质中汞离子被硼氢化钾还原成汞的原子蒸气,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量汞的荧光强度,以基体匹配校正法进行测定。

4 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的优级纯试剂,所用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 硅粉($\geq 99.99\%$)。

4.2 氯化汞($\geq 99.95\%$)。

4.3 氢氟酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.4 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

4.5 硝酸(5+95)。

4.6 硼氢化钾溶液(2 g/L):称取 0.20 g 氢氧化钾,溶于约 50 mL 水中,加入 0.20 g 硼氢化钾并使其溶解,用水稀至 100 mL,摇匀,用时现配。

4.7 重铬酸钾溶液(0.5 g/L):称取 1.0 g 重铬酸钾,溶于约 100 mL 水中,加入 100 mL 硝酸(4.4),用水稀释至 2 000 mL,摇匀。

4.8 重铬酸钾溶液(50 g/L):称取 10.0 g 重铬酸钾,溶于 100 mL 水中,用水稀释至 200 mL,摇匀。

4.9 汞标准储存溶液 A:准确称取 0.135 4 g 预先经硅胶干燥器充分干燥过的氯化汞(4.2),溶于重铬酸钾溶液(4.7)溶液中,并移入 1 000 mL 容量瓶中,用重铬酸钾溶液(4.7)溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含汞 100 μg 。

4.10 汞标准储存溶液 B:移取 1 mL 汞标准储存溶液 A(4.9)于 100 mL 容量瓶中,用重铬酸钾溶液