



中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.5—2009
代替 GB/T 15249.5—1994

合质金化学分析方法 第 5 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of crude gold—
Part 5: Determination of mercury content—
Cold atomic absorption spectrometry

2009-05-06 发布

2009-10-01 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 15249《合质金化学分析方法》分为如下 5 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定 火试金重量法；
- 第 2 部分：银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15249 的第 5 部分。

本部分代替 GB/T 15249.5—1994《合质金化学分析方法 冷原子吸收光谱法测定汞量》。

本部分与 GB/T 15249.5—1994 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 对仪器的要求，将灵敏度改为特征浓度；
- 删除了“允许差”条款；
- 增加了“精密度”条款(重复性和再现性)；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由中国人民银行提出。

本部分由全国金融标准化技术委员会(SAC/TC 180)归口。

本部分负责起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：成都印钞公司、长春黄金研究院、沈阳造币厂、上海造币厂和南京造币厂。

本部分主要起草人：于力、汤淑芳、孙龄高、刘春峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15249.5—1994。

合质金化学分析方法

第5部分:汞量的测定

冷原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 15249 的本部分规定了合质金中汞量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中汞量的测定。测定汞的质量分数范围:0.005 0%~0.050 0%。

2 方法原理

用稀硝酸、盐酸分解合质金试料,过滤除去氯化银沉淀以分离银,以硫氰酸钾掩蔽金,在强碱性介质中,以二氯化锡还原化合汞为原子汞,于波长 253.7 nm 处进行汞的冷原子吸收光谱测定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。实验所用器皿均用稀硝酸(1+4)浸泡 12 h 后,用水彻底清洗。

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。
- 3.3 重铬酸钾溶液(10 g/L)。
- 3.4 硫氰酸钾溶液(100 g/L)。
- 3.5 乙酸锌溶液(50 g/L)。
- 3.6 二氯化锡溶液(100 g/L):称取 10 g 二氯化锡于 10 mL 盐酸中,加热溶解后用水稀释至 100 mL。
- 3.7 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 3.8 余汞吸收液(10 g/L KMnO_4 -1.8 mol/L H_2SO_4)。
- 3.9 汞标准贮存溶液:称取 0.135 4 g 二氯化汞溶于少量水中,加入 50 mL 硝酸(3.2)、10 mL 重铬酸钾溶液(3.3),移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 0 mg 汞(溶液在五个月内使用)。
- 3.10 汞标准溶液
 - 3.10.1 移取 10.00 mL 汞标准贮存溶液(3.9)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2)、1 mL 重铬酸钾溶液(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10.00 μg 汞(溶液在两个月内使用)。
 - 3.10.2 移取 1.00 mL 汞标准溶液(3.10.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 重铬酸钾(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 μg 汞。

4 仪器

冷原子吸收测汞仪,附 GP_3 型汞灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量试液的基体相一致的溶液中,汞特征浓度应不大于 0.05×10^{-9} $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.80。