ICS 13.060.50
CCS D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QASxxx-2021

卤水 汞的测定 原子荧光光谱法

xxxx－xx－xx发布　　xxxx－xx－xx实施

青海省标准化协会　　发 布

前　　言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：郭敏、薛超群、王培艳、马成冰、李海明、石华、朱琳、杜作朋、刘宏、王兴权。

卤水 汞的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本文件规定了卤水中汞的测定方法。

本文件适用于卤水中汞的测定。方法检出限：0.002μg/L，范围：0.020μg/L～10.0 μg/L，含量高于此范围可稀释后测定。

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

GB/T 31190 实验室废弃化学品收集技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经羟基棉分离富集处理后，在酸性介质中，试样中汞被硼氢化钾还原成原子态汞，由载气（氩气）将其带入原子化器， 在特制汞空心阴极灯的照射下，基态汞原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光。在一定的浓度范围内，荧光强度与汞的含量成正比。

5 干扰及消除

有色样品可加入活性炭进行脱色处理；浑浊样品需经中速滤纸过滤处理。卤水中的钾、钠、钙、镁等离子在经羟基棉富集后与汞分离开来，对汞的测定不产生干扰。而与汞共富集的铅、锌、钴、镍等在洗脱后与汞分离开来，对汞的测定也不产生干扰。

6 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

6.1 硫代乙醇酸：ρ（$C_2H_4O_2S$）=1.33 g/mL。

6.2 乙酸酐:ρ（$C_4H_6O_3$）=1.08g/mL。

6.3 乙酸：ρ（CH_3COOH）=1.05 g/mL。
6.4 浓硫酸：ρ（H_2SO_4）=1.61 g/mL。
6.5 巯基棉：于广口瓶中,依次加入硫代乙醇酸(6.1)10ml、乙酸酐(6.2)7 ml、乙酸(6.3)3.5 ml ,浓硫酸(6.4)1滴及蒸馏水1ml, 充分混匀 ,放入脱脂棉3g浸泡完全,加盖后在40～45℃的烘箱中放置4～5d,取出用过滤漏斗抽滤,并用水洗至中性, 摊于滤纸上,40～45℃的烘箱中烘干,成品放磨口棕色瓶中保存。
6.6 氢氧化钠（NaOH）。
6.7 盐酸：ρ（HCl）=1.42 g/mL。
6.8 硝酸：ρ（HNO_3）=1.19 g/mL。
6.9 硝酸溶液（5+95）。
6.10 重铬酸钾（$K_2Cr_2O_7$）。
6.11 氯化钠饱和盐酸溶液（6 mol/L）：量取50mL盐酸（6.7）加入50mL水中，加入氯化钠至固体不再溶解，混匀后通过巯基棉除汞。
6.12 氢氧化钾溶液（5g/L）：称取0.5g氢氧化钾溶于纯水中，稀释至100mL。
6.13 硼氢化钾溶液（10g/L）：称取硼氢化钾（KBH_4）1g溶解于100mL氢氧化钾溶液(6.12)中，现用现配。
6.14 汞标准固定液：称取重铬酸钾0.5 g溶于950mL水中，加入50 mL硝酸(6.8)，混匀后通过巯基棉除汞。
6.15 汞标准贮备溶液：ρ(Hg)=100.0 mg/L，市售。
6.16 汞标准中间溶液：ρ(Hg)=1.00 mg/L，吸取汞标准贮备溶液（6.9）10.00 mL 于100 mL 容量瓶中，用汞标准固定液（6.14）定容，摇匀。再吸取此溶液10.00 mL 于100 mL 容量瓶中，用汞标准固定液（6.14）定容，摇匀。
6.17 汞标准使用溶液：ρ(Hg)=0.010 mg/L，吸取汞标准中间溶液（6.16）10.00 mL 于100 mL 容量瓶中， 用汞标准固定液（6.14）定容，摇匀。再吸取此溶液10.00 mL 于100 mL 容量瓶中，用汞标准固定液（6.14）定容，摇匀。

7 仪器设备

7.1 原子荧光光谱仪（仪器条件参考附录A）。
7.2 汞特种空心阴极灯。
7.3 钢瓶氩气（纯度≥99.99%）。
7.4 巯基棉管：内径6-8mm，长100mm，一端拉细的玻璃管，内填约0.1g巯基棉。
7.5 巯基棉吸附装置：由60mL分液漏斗和巯基棉管连接组成。
7.6 抽滤装置。

8 试样

试样保存于聚乙烯塑料瓶中，每950 mL试样中加硝酸（6.8）50 mL，重铬酸钾(6.10)0.5g，摇匀。

9 分析步骤

9.1 样品前处理

取1L试样，用氢氧化钠（6.6）调节试样至中性，将试样以10mL/min的流速流经巯基棉管，待流完后用30mL水淋洗分液漏斗，洗液过巯基棉管，取下巯基棉管用抽滤装置抽干水分。用氯化钠饱和盐酸溶液(6.11)6mL分三次洗脱汞，洗脱液由25mL容量瓶承接，用汞标准固定液（6.14）定容至刻度线，摇匀待测。

9.2 标准系列溶液

分别移取0、1.00、2.00、5.00、10.00、15.00、20.00mL汞标准使用溶液(6.17)置于100mL容量瓶中，用汞标准固定液（6.14）定容至刻度线，摇匀。

表1 标准系列溶液

标准系列	1	2	3	4	5	6	7
质量浓度/（μg/L）	0	0.10	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00

9.3 测定

参考仪器条件或采用自行确定的最佳测量条件，以硝酸溶液（6.9）为载流，硼氢化钾（6.13）为还原剂，浓度由低到高依次测定汞标准系列的原子荧光强度，以荧光强度为纵坐标，汞质量浓度为横坐标，绘制校准曲线，按照与绘制校准曲线相同的条件测定试样。超过校准曲线高浓度点的样品可以经稀释后再测定或减少取样量后按分析步骤重新测定。

9.4 空白试验

应随同步骤（9.1）以水代替样品制备双份空白试样，按步骤（9.3）测定空白试样。

10 数据处理

样品中待测元素的质量浓度ρ按公式（1）计算：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times f \times V_1}{V} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ——样品中待测元素的质量浓度，μg/L；

ρ_1——由标准曲线上查得的试样中待测元素的质量浓度，μg/L；

f——试样稀释倍数；

V_1——分取后测定试样的定容体积，mL；

V——分取试样的体积，mL。

结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

11 质量控制

11.1 准确度

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例为10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%～110%，超出此范围判定为不合格。

加标回收率按公式（2）计算：

$$P=\frac{X_1-X_0}{X}\times 100\% \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

P——回收率，%；

X_1——加标试样测定值，μg；

X_0——试样测定值，μg；

X——加标量，μg。

11.2 精密度

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查分析样。重复分析相对偏差允许限依据公式（3）计算：

$$Y=11.0CX^{-0.28} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—重复分析相对偏差允许限系数，参照DZ/T 0130取C=1.5；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

12 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液按照GB/T 31190 实验室废气化学收集技术规范执行。

附录 A

（资料性附录）

仪器测试条件

本实验采用原子荧光光谱仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

汞灯电流：30 mA～40 mA；

负高压：260 V～280 V；

载气流量：400 mL/min～500 mL/min；

屏蔽气流量：900 mL/min～1000 mL/min；

原子化器高度：8mm～10mm；

积分方式：峰面积。