



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X

## 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —  
Part 9:Mercury content by hydride generation atomic fluorescence spectrometry

(ISO 22863-9:2021)

草案版次选择

本稿完成时间：2024-3-26

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 试剂 .....	1
6 仪器 .....	2
7 测试程序 .....	2
8 计算 .....	3
9 准确性 .....	3
10 其他 .....	3
11 检测报告 .....	3
附 录 A .....	4

## 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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国烟花爆竹标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省烟花爆竹产品安全质量检验中心、山东花王烟花爆竹有限公司、浏阳市金池出口烟花制造有限公司、南昌海关技术中心、万载县汇鑫源礼花制造有限公司。

本文件主要起草人：朱玉平、钟军、李凡池、曾鸣、张烈远、杨芳、洪涯。

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第1部分：总则

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分：六氯代苯含量的测定 气相色谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第3部分：铅和铅化合物含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分：铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分：铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第6部分：粒度小于40 $\mu\text{m}$ 铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第10部分：硝化纤维素中氮含量的测定 硫酸亚铁滴定法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第11部分：磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第12部分：苦味酸含量的测定 高效液相色谱法

# 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

## 1 范围

本文件规定了氢化物发生-原子荧光光谱法测定烟火药中汞含量的方法。  
本文件适用于烟花爆竹药剂汞含量的氢化物发生原子荧光光谱法测定。

## 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 XXXXX-1 烟花-特定化学物质检测方法 第1部分 总则

## 3 术语和定义

GB/T XXXXX-1所界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 方法原理

试样采用硝酸-盐酸混合试剂在沸水浴中加热和消解，在酸性介质中试样中的汞被硼氢化钾还原为原子态汞，再由载气（氩气）载入原子荧光光度计中，在汞空心阴极灯照射下，汞原子能级由高能态跃迁回基态时会发射出特征波长的荧光，其荧光强度与被测液中汞浓度成正比，并与汞标准溶液曲线进行定量比较测得浓度。

## 5 试剂

除另外有规定外，所用试剂均为分析纯，水为超纯水或一级水。

5.1 盐酸：GR。

5.2 硝酸：GR。

5.3 重铬酸钾：GR。

5.4 氢氧化钠：GR。

5.5 硼氢化钾：AR。

5.6 硝酸溶液(体积分数 5 %)：

用移液管取 50 ml 硝酸(5.2)，加水稀释至 1 000 ml。

5.7 重铬酸钾硝酸稀释溶液(0.5 g/L)：

称取 0.5 g 重铬酸钾(5.3)溶于 1000 ml 硝酸溶液(5.6)中。

5.8 盐酸-硝酸混合试剂[(1+1)王水]：

将 150 ml 盐酸(5.1)和 50 ml 硝酸(5.2)混合,然后用水稀释至两倍。

#### 5.9 氢氧化钠溶液(质量分数 0.2 %):

称取 1.0 g 氢氧化钠(5.4)溶于 500 ml 水中。

#### 5.10 硼氢化钾溶液(质量分数 2 %):

称取 10.0 g 硼氢化钾(5.5)溶于 500 ml 氢氧化钠溶液(5.9)中。

#### 5.11 汞标准溶液(1000 mg/L)

#### 5.12 汞标准中间溶液(1 µg/ml):

取 100 µL 汞标准溶液(5.11),加入硝酸重铬酸钾稀释溶液(5.7)稀释至 100 ml,摇匀。

#### 5.13 汞标准使用溶液(20 µg/L):

用移液管取 1ml 汞标准中间溶液(5.12),加入硝酸稀释重铬酸钾溶液(5.7)稀释至 50ml,摇匀。

#### 5.14 汞标准溶液工作曲线的配制:

分别将 0.0 ml、0.5 ml、1.0 ml、2.0 ml、3.0 ml、5.0 ml 汞标准使用溶液(5.13)分别置于 50 ml 容量瓶(6.5)中,用硝酸稀释重铬酸钾溶液(5.7)稀释至 50 ml,使汞标准工作曲线溶液的浓度分别为 0.0 µg/l、0.2 µg/l、0.4 µg/l、0.8 µg/l、1.2 µg/l、2.0 µg/l,摇匀。

## 6 仪器

6.1 玛瑙研钵。

6.2 80 目标准样品筛。

6.3 水浴。

6.4 原子荧光光度计:配有水银空心阴极灯。

6.5 容积瓶:50 ml。

6.6 盖帽试管:体积 100 ml。

6.7 滤纸。

6.8 分析天平:精确到 0.0001g。

## 7 测试程序

### 7.1 样品的预处理、消化和待测溶液的制备

7.1.1 首先,将样品在玛瑙研钵(6.1)中粉碎,然后用 80 目标准样品筛(6.2)进行筛分。用分析天平(6.8)称过筛的样品粉末 0.2 g,放入 100 ml 盖帽试管(6.6)中,加入 2 ml 水,摇匀。

7.1.2 然后加入盐酸-硝酸混合试剂(5.8)15ml。摇匀后放入沸水浴(6.3)中静置 2 h,然后从沸水浴中取出,稍凉片刻。将重铬酸钾(5.7)的硝酸稀释溶液加入 100 ml,摇匀。

7.1.3 用滤纸(6.7)过滤溶液,然后放在原子荧光光度计(6.4)上。执行测试。

7.1.4 同时进行空白试验。将 2 ml 水与 15 ml 盐酸-硝酸混合试剂(5.8)混合,制备空白试验溶液。摇匀后放入沸水浴(6.3)中静置 2 h,然后从沸水浴中取出,稍凉片刻。将重铬酸钾(5.7)的硝酸稀释溶液加入 100 ml,摇匀。把它放在原子荧光光度计(6.4)上。

7.1.5 同时执行空白测试。

### 7.2 测试条件

7.2.1 原子荧光光谱仪(6.4)的操作条件应设置适当,以获得最佳性能。

7.2.2 原子荧光光度计设置如下条件:

负高压/电压：270 V；灯电流：60 ma；炉高：8 mm；载气流量：500 ml/min；屏蔽器流量：1000 ml/min；  
读取方式：峰值面积；测量方法：标准曲线法。

7.2.3 仪器精度要求：对空白试验溶液进行多次测量，荧光强度极差 $\leq 5$ 。

## 8 计算

用公式(1)计算样品中汞的浓度：

$$W(Hg) = \frac{(p-p_0) \cdot V}{1000m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$W(Hg)$ ——样品中汞的含量，单位：mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$ ；

$P$ ——原子荧光光度计测定的样品试验溶液浓度，单位： $\mu\text{g/L}$ ；

$P_0$ ——用原子荧光光度计测得的空白试验溶液的浓度，单位： $\mu\text{g/L}$ ；

$m$ ——样品的质量，单位：g；

1000——将ml转换为L的系数。

计算结果保留两位有效数字表示。

## 9 精密度

9.1 在可重复性条件下获得的两个独立测定值之间的绝对差值不应超过算术平均值的 20%。

9.2 使用标准加法法可提高精度(见附件 A)

## 10 其他

当称量样品为 0.2 g，体积为 100 ml 时，检出限为 0.03 mg/kg，定量限为 0.09 mg/kg。

## 11 检测报告

检测报告应至少包括以下信息：

- a) 检测单位（实验室）名称和地址；
- b) 签发日期；
- c) 检测标准依据；
- d) 样品的必要说明以及如何根据 GB/T XXXXX 获得样品；
- e) 检测结果；
- f) 在执行检测时发生的任何异常。

## 附录 A (资料性) 标准添加法

### A.1 总则

第二种方法消除了消化过程中产生的“基质”效应，即可能已经形成与汞以外的其他化合物对应的其他离子，并留在消化后的待测样品溶液中。这样的离子很可能对光谱记录产生影响。

它可以用来提高测量的准确性。

### A.2 样品大小

用分析天平(6.8)取 0.5 g 样品。

复制样品。

### A.3 一般要求

两种样品的分析应立即一个接一个进行。

为了校正误差，空白试验应与无汞空白溶液平行进行。

### A.4 测试程序

#### A.4.1 消解过程

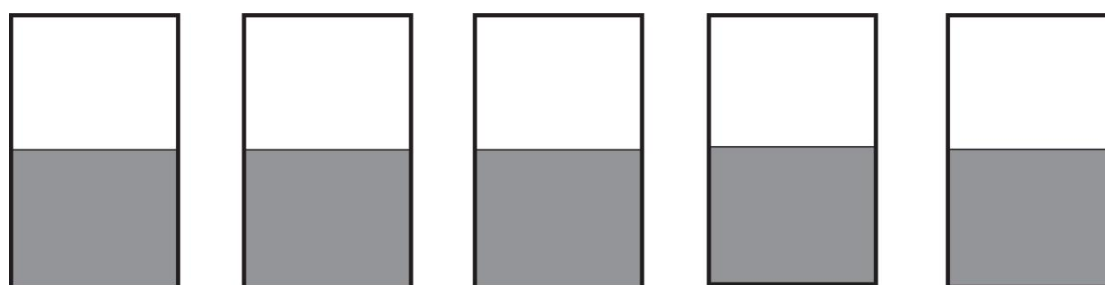
应执行(7.1)所述的相同消化过程，以获得消化后的样品溶液，并根据(A.4.2)至(A.4.4)进行稀释和测试。

考虑到(A.2)中所述的较大样本量，每种酸的提及数量应乘以 2.5。

#### A.4.2 消化样品溶液的稀释

取标准汞稀释溶液(5.13)稀释溶液 100 ml，浓度为 10.0  $\mu\text{g/L}$ 。

每组 100 ml 烧瓶中倒入 50 ml 消化样品溶液，烧瓶编号从 1 到 5。



1

2

3

4

5

1——Nr1

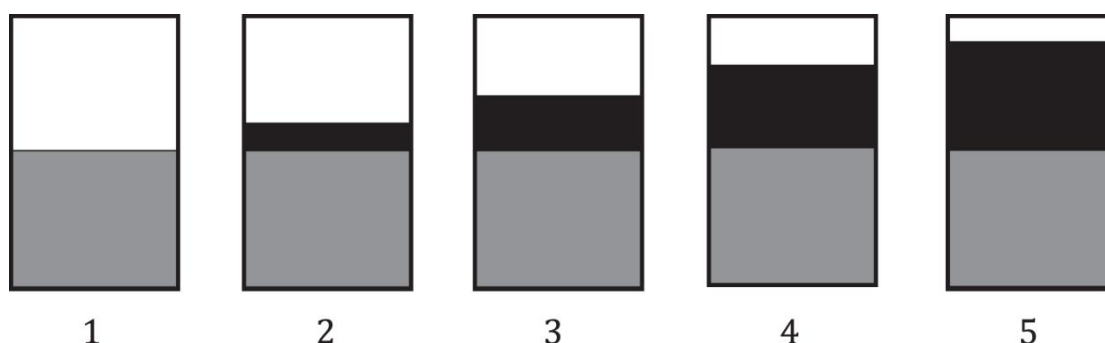
2——Nr2

3——Nr3

4——Nr4

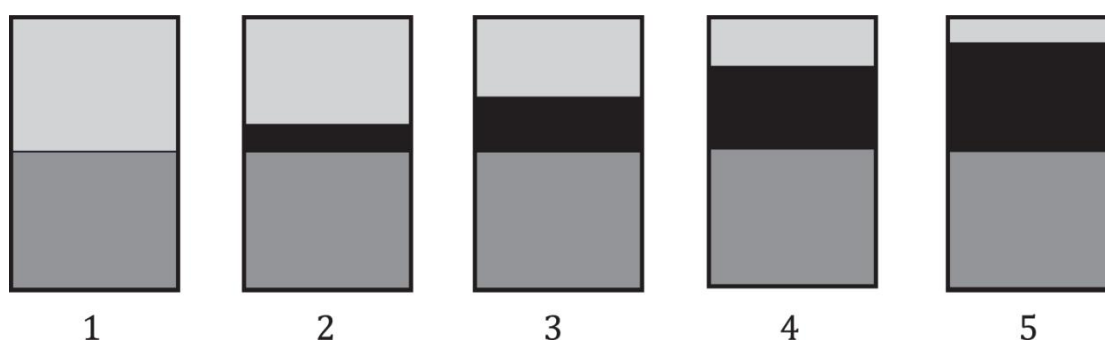
5——Nr5

仔细将上述  $10\ \mu\text{g/L}$  稀释的汞溶液倒入 Nr2 瓶中，同样的溶液倒入 Nr3 瓶中 20 ml，Nr4 瓶中 30 ml，Nr5 瓶中 40 ml。



- 1——Nr1  
2——Nr2  
3——Nr3  
4——Nr4  
5——Nr5

在 1 到 5 个烧瓶中加水，直到 100 ml，搅拌均匀。



- 1——Nr1  
2——Nr2  
3——Nr3  
4——Nr4  
5——Nr5

在每个烧瓶中消化样品溶液和 100 g/L 稀释溶液的剂量应使用最佳实验室条件，尽可能准确地完成。

#### A. 4. 3 测量

根据原子荧光光度计 (6. 4) 的使用说明，将其设置到优化的工作条件下。  
根据制造商的说明进行测试，并记录 Nr1 到 5 的每个烧瓶溶液的吸光度。

#### A. 4. 4 计算

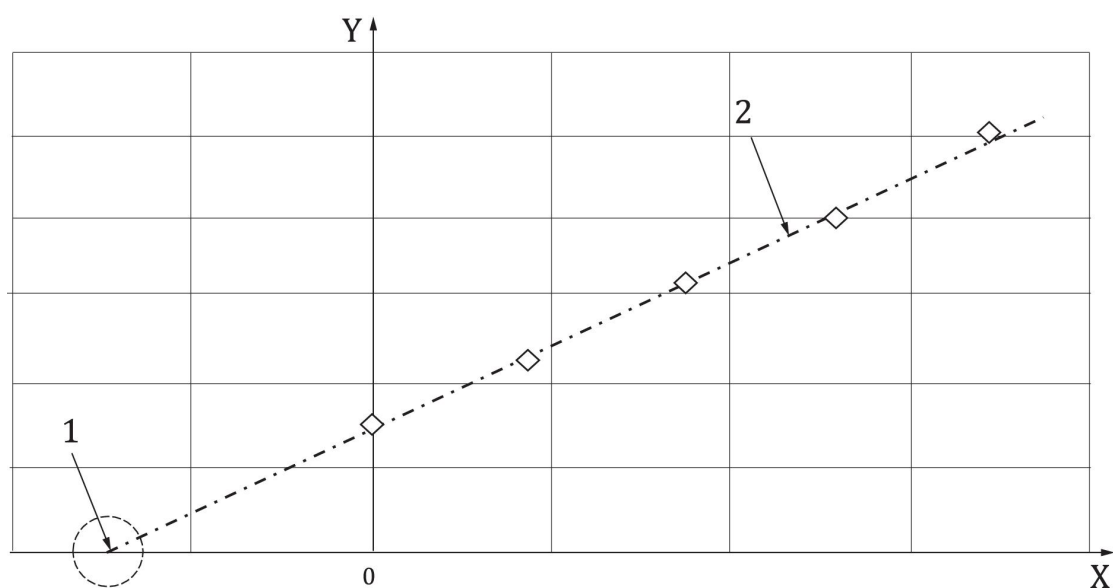
计算每个烧瓶中加入  $10\ \mu\text{g/L}$  的汞稀释溶液的浓度。

图记录了吸光度与相应的计算浓度添加的  $10.0\ \mu\text{g/L}$  的汞稀释溶液。所画的点应该近似对齐。

求出离所有点最近的回归线方程。目前可用的大多数电子表格软件都具有这种功能。

利用回归线方程，计算回归线与 x 轴的交点。该值表示烧瓶 Nr1 的浓度，应乘以 2 以得到消化样品溶液的实际浓度 C。





X——浓度为 10 μg/L 的汞稀释溶液

Y——吸光度

1——要记录的值

2——回归线

用式(A. 1)计算样品的汞含量:

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot f}{m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X——样品的汞含量, 单位: mg/kg;

C——样品溶液中汞的浓度, 单位: μg/ml;

C<sub>0</sub>——空白溶液中汞的浓度, 单位: μg/ml;

V——样品溶液的体积, 单位: ml;

f——样品溶液的稀释倍数;

m——样品的质量, 单位: g。

#### A. 5 精密度

该方法将用第二个样品重复。两个测量结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 10 %。

如果结果超过上述精度, 则应恢复测试, 可能需要增加样品质量, 或减少在每个烧瓶中添加 10.0 g/l 的稀释汞溶液。

应该记住的是, 测量误差很大程度上取决于消化样品溶液和每个烧瓶中 10.0 g/L 稀释汞溶液的剂量的准确性。当待测浓度与加入的汞稀释溶液的浓度相同数量级时, 得到的结果最好。