

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 990.15—2014

冰铜化学分析方法 第 15 部分：锑量的测定 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper matte—
Part 15: Determination of antimony content—
Atomic absorption spectrometry

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 990《冰铜化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金量和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；
- 第 4 部分：铋量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：镉量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；
- 第 11 部分：镍量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 13 部分：氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 15 部分：铈量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铅、锌、镍、砷、铋、铈、钙、镁、镉、钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 990 的第 15 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中条山有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、北京有色金属研究总院、杭州富春江冶炼有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分主要起草人：周卫平、李琴美、潘颖、程浩宇、戴凤英、黄葡英、李满芝、廖家章、金玲、胡胭脂、谭秀丽。

冰铜化学分析方法

第 15 部分: 铈量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 990 的本部分规定了冰铜中铈含量的测定方法。

本部分适用于冰铜中铈含量的测定。测定范围为 0.10%~1.20%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸分解,用盐酸驱除硝酸,在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 217.6 nm 处,用空气-乙炔火焰测量其吸光度。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氯酸钾。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.4 酒石酸溶液(100 g/L)。

3.5 铈标准贮存溶液:称取 1.197 g 三氧化二铈($w_{\text{Sb}}\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.3),低温加热至完全溶解,微沸除去氮氧化物,冷却,补加 50 mL 硝酸(3.3)、20 mL 酒石酸溶液(3.4),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.6 铈标准溶液:移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液(3.5)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 酒石酸溶液(3.4)、10 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯,仪器应带扣除背景装置。

在仪器最佳工作条件下,凡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,铈的特征浓度应不大于 0.29 $\mu\text{g}/\text{mL}$;

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;

——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 0.85。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 100 μm 。