

表 2 重复性限

$w_{\text{sb}}/\%$	0.019	0.041	0.11	0.31	0.60
$r/\%$	0.003	0.005	0.01	0.03	0.04

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性(R)的情况不超过5%,再现性(R)按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{\text{sb}}/\%$	0.019	0.041	0.11	0.31	0.60
$R/\%$	0.004	0.007	0.02	0.04	0.06

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 使用的标准,GB/T 3884.1—2012;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。



中华人民共和国国家标准

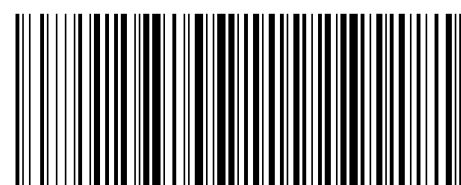
GB/T 3884.10—2012
代替 GB/T 3884.10—2000

铜精矿化学分析方法

第 10 部分:锑量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 10: Determination of Antimony content—
Hydride generation atomic fluorescence spectrometry method



GB/T 3884.10—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47165

定价: 14.00 元

2012-12-31 发布

2013-10-01 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

6.3.5 按表1分取试液于已加入30 mL水,5 mL盐酸(3.7)的50 mL容量瓶中,加入5 mL抗坏血酸溶液(3.12),5 mL硫脲溶液(3.11),用水稀释至刻度,混匀。

表1 试液分取体积

铈的质量分数/%	分取试液体积/mL
0.010~0.050	10.00
>0.050~0.10	5.00
>0.10~0.70	2.00

6.3.6 移取2 mL待测液(6.3.5)于氢化物发生器中,以恒定速率加入硼氢化钾溶液于原子荧光光谱仪上测定其荧光强度,减去随同试料的空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查得相应的铈浓度。

6.4 工作曲线的绘制

分别移取0 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL铈标准溶液(3.20)置于一组已加入30 mL水,5 mL盐酸(3.7)的50 mL容量瓶中,再依次加入0.25 mL硝酸铁溶液(3.16),2.5 mL硝酸镧溶液(3.15),5 mL抗坏血酸溶液(3.12),5 mL硫脲溶液(3.11)后,用水稀释至刻度,混匀。在与测量试料相同的条件下,测量标准溶液系列的荧光强度减去“零”浓度标准溶液的荧光强度,以铈浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铈的含量以质量分数 w_{sb} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{sb} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得的铈的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后二位。若铈含量小于0.10%时,表示至小数点后三位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜精矿化学分析方法
第10部分:铈量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
GB/T 3884.10—2012

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*
书号:155066·1-47165 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

- 3.17 硼氢化钾溶液(10 g/L):称取 10 g 硼氢化钾溶于 1 000 mL 氢氧化钾(3.13)中,现配现用。
- 3.18 铈标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 高纯铈粉,加入 25 mL 硝酸(3.5)、3 g 酒石酸(3.2),低温溶解,冷却后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。
- 3.19 铈标准溶液 A:移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液(3.18)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.7),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铈。
- 3.20 铈标准溶液 B:移取 10.00 mL 铈标准溶液 A(3.19)于 200 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.7),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 铈。

4 仪器

原子荧光光谱计:附屏蔽式石英炉原子化器,特制铈空心阴极灯或铈高强度空心阴极。

氩气:用作屏蔽气、载气。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标均可使用:

——检出限:不大于 2×10^{-9} g/mL。

——精密度:用 0.02 μ g/mL 的铈标准溶液测量荧光强度 11 次,其相对标准偏差不超过 5.0%。

5 试样

- 5.1 样品粒度应不大于 100 μ m。
- 5.2 样品应在 100 $^{\circ}$ C~105 $^{\circ}$ C 烘 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 400 mL 低型烧杯中,加入 2 g 硫酸钾(3.1),用水湿润,加入 10 mL 硫酸(3.4)[必要时滴加少许硝酸(3.5)],盖上表面皿,置于电炉上加热分解至冒三氧化硫白烟,加入小片滤纸(约 4 cm^2)在高温电炉上继续加热,至黑色完全褪尽为止,取下冷却,用水吹洗杯壁及表面皿,煮沸使盐类溶解,取下冷却。

6.3.2 加入 2.5 mL 硝酸镧溶液(3.15),试料空白另加 5 mL 硝酸铁溶液(3.16),以水稀释至 150 mL 左右,置于电热板上加热至近沸,取下,边搅拌边加氨水(3.9)至生成的氢氧化铜沉淀溶解(溶液呈蓝色),再过量 20 mL,缓慢加热至沸腾,移至低温处(约 60 $^{\circ}$ C),保温 30 min。

6.3.3 用快速定量滤纸过滤,用热氨水(3.10)洗涤烧杯及沉淀 4~5 次,用热水洗涤烧杯及沉淀 3~4 次,弃去滤液。

6.3.4 将滤纸连同沉淀从漏斗上取下,展开于原烧杯内(搁在玻璃棒上),用少量水将沉淀冲入烧杯中,用盐酸(3.8)将滤纸洗至无黄色,加入 5 mL 盐酸(3.7),置于电炉上加热溶解盐类,取下冷却后用盐酸(3.8)转入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 14 个部分:

- 第 1 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 2 部分:金和银量的测定 火焰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:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第 6 部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 8 部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 9 部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法;
- 第 10 部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第 13 部分:铜量测定 电解法;
- 第 14 部分:金和银量测定 火试金重量法和原子吸收光谱法。

本部分为第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3884.10—2000《铜精矿化学分析方法 铈量的测定》,与 GB/T 3884.10—2000 相比,主要发生了如下变动:

- 对文本格式进行了修改;
- 补充了精密度和试验报告条款;
- 铈的测定范围由“0.01%~0.20%”调整为“0.01%~0.70%”。

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:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:江西铜业股份有限公司。

本部分参加起草单位:云南铜业股份有限公司、北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院、阳谷祥光铜业有限公司、紫金矿业集团股份有限公司。

本部分主要起草人:陈红、徐红想、汪廷龙、汪雪萍、杨红生、郑文英、陈渝滨、王皓莹、马丽、张永中、彭国春、胡素英、王津、刘天平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3884.10—2000。