

GB/T 8151.11—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。

GB/T 8151.11—2012

ICS 77.120.60
H 13

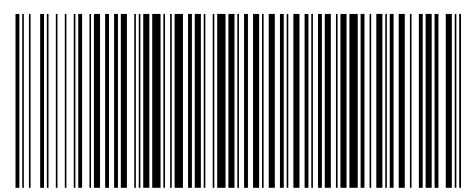


中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.11—2012
代替 GB/T 8151.11—2000

锌精矿化学分析方法 第 11 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 11: Determination of antimony content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry



GB/T 8151.11—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47149

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

6.5.2 在与测定试料溶液相同的条件下,以盐酸(3.5)为载流,硼氢化钾溶液(3.7)为还原剂,以试剂空白为参比,测定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

铈含量以铈的质量分数 w_{Sb} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Sb} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得的铈浓度,单位为纳克每毫升(ng/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 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);
 - m ——试料的质量,单位为克(g)。
- 计算结果保留 2 位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这 2 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求得。

表 2 重复性限

$w_{Sb}/\%$	0.006 1	0.028	0.073	0.11	0.22
$r/\%$	0.001 1	0.004	0.011	0.02	0.04

8.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

$w_{Sb}/\%$	0.006 1	0.028	0.073	0.11	0.22
$R/\%$	0.002 0	0.006	0.015	0.03	0.05

9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 本部分编号 GB/T 8151.11—2012;

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锌精矿化学分析方法
第 11 部分:铈量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
GB/T 8151.11—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 9 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47149 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

——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0.9。

5 试样

- 5.1 样品应通过0.100 mm孔筛。
5.2 样品预先在105℃±5℃烘1 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 1 g。

表1 试料质量、测定体积、补加盐酸体积和补加硫脲-抗坏血酸溶液体积

锑质量分数 %	试料质量 g	测定溶液体积 mL	补加盐酸体积 mL	补加硫脲-抗坏血酸溶液体积 mL
0.005 0~0.050	0.20	50	4	4
>0.050~0.10	0.10	50	4	4
>0.10~0.20	0.10	100	9	9

6.2 测定次数

独立地进行2次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于200 mL烧杯中,加入0.5 g酒石酸(3.1),15 mL硝酸(3.2),低温溶解,蒸至体积约2 mL,取下放冷,加入20 mL盐酸(3.4),10 mL硫脲-抗坏血酸溶液(3.6),用水吹洗杯壁,低温煮沸5 min,取下冷至室温。将溶液移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表1将试液分取10.00 mL于相应的容量瓶中,并按测定溶液体积补加盐酸(3.3)及硫脲-抗坏血酸溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀,干过滤部分溶液至50 mL烧杯中。

6.4.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸(3.5)为载流,硼氢化钾溶液(3.7)为还原剂,以随同试料的空白溶液为参比,测量其荧光强度,从工作曲线上查得相应的锑浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL锑标准溶液(3.9)分别于一组200 mL烧杯中,加入20 mL盐酸(3.4),10 mL硫脲-抗坏血酸溶液(3.6),低温加热,煮沸5 min,取下冷至室温,移入一组100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为20个部分:

- 第1部分:锌量的测定 沉淀分离Na₂EDTA滴定法和萃取分离Na₂EDTA滴定法;
- 第2部分:硫量的测定 燃烧中和滴定法;
- 第3部分:铁量的测定 Na₂EDTA滴定法;
- 第4部分:二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第5部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第6部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法;
- 第8部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第9部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第10部分:锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第11部分:锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第12部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第13部分:锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法;
- 第14部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第15部分:汞量的测定 原子荧光光谱法;
- 第16部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第17部分:锌量的测定 氢氧化物沉淀-Na₂EDTA滴定法;
- 第18部分:镓量的测定 离子交换-Na₂EDTA滴定法;
- 第19部分:金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法;
- 第20部分:铜、铅、铁、砷、镉、锑、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为GB/T 8151的第11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 8151.11—2000《锌精矿化学分析方法 锑量的测定》。与GB/T 8151.11—2000相比,主要有如下变动:

- 删除了方法2;
- 对文本格式进行了修改;
- 补充了精密度和试验报告。

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:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、巴彦淖尔紫金有色金属有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分主要起草人:奚红杰、李杰、李遵义、陈殿耿、马丽、郭新玲、李琼莉、张东光、刘艳菁、张亚兵、王芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8151.11—1987、GB/T 8151.11—2000。