

ICS 77.040.30
H 15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.15—2006
代替 YS/T 372.6—1994

YS/T 372.15—2006

贵金属合金元素分析方法 锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of antimony content—
The flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
贵金属合金元素分析方法
锑量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 372.15—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

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 6 千字
2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

*

书号: 155066·2-17190 定价 8.00 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)68533533



YS/T 372.15-2006

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

6 分析步骤

6.1 试料

称取约 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,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 将试料置于 150 mL 烧杯中,加入 6 mL 盐酸(3.2)、2 mL 硝酸,盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解后,蒸至约 1 mL,取下。用水冲洗表面皿及烧杯壁,加入 4 mL 盐酸溶液(3.4),加水至 50 mL。

6.3.2 加 1 mL 水合肼溶液,不断搅拌约半分钟,盖上表面皿,加热煮沸至溶液清亮。取下,冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁,将上层清液移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.5)冲洗烧杯及沉淀各四次,清液移入容量瓶中,加入 8 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。按 6.3.3 条测定铈。

6.3.3 使用空气-乙炔火焰,用铈空心阴极灯,于原子吸收光谱仪波长 231.2 nm 处,以水调零,测量试料空白溶液及试液的吸光度,从校准曲线上查出相应的铈浓度。

6.4 校准曲线的绘制

6.4.1 移取 0 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,6.00 mL 铈标准溶液于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 与试料测定相同条件下,测量铈标准溶液吸光度。以铈浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制校准曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铈的质量分数 w_{sb} ,数值以%表示:

$$w_{\text{sb}} = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——自校准曲线上查得的试料溶液中铈的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——自校准曲线上查得的空白溶液中铈的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至二位小数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于 0.08%。

前 言

YS/T 372《贵金属合金元素分析方法》是对 YS/T 372—1994、YS/T 373—1994、YS/T 374—1994 和 YS/T 375—1994 的整合修订,分为 22 个部分:

- 第 1 部分:银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- 第 2 部分:铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法;
- 第 3 部分:钯量的测定 丁二肟析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 4 部分:铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 5 部分:PtCu 合金中铜量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 6 部分:铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:钴量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 8 部分:PtCo 合金中钴量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 9 部分:镍量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 10 部分: AuNi 及 PdNi 合金中镍量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 11 部分:镁量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 12 部分:锌量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 13 部分:锡量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 14 部分:锰量的测定 高锰酸钾电位滴定法;
- 第 15 部分:铈量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:镓量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 17 部分:钨量和铼量的测定 钨酸重量法和硫脲分光光度法;
- 第 18 部分:钽量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 19 部分:钷量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 20 部分:镉量的测定 碘化钾析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 21 部分:锆量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 22 部分:铟量的测定 EDTA 络合滴定法。

本部分为第 15 部分。

本部分是对 YS/T 372.6—1994 中铈含量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 372.6—1994 相比,主要有如下变动:

- 将原标准中的分光光度法修订为原子吸收光谱法。
- 修订了铈含量的测定范围和允许差。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 372.6—1994。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:金娅秋。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 946(Au-6)—78、YS/T 372.6—1994

贵金属合金元素分析方法

铈量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了金铈合金中铈含量的测定方法。

本标准适用于 AuSb 合金中铈含量的测定。测定范围:0.2%~1.2%。

2 方法提要

合金试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解,水合肼还原分离金。在盐酸介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 231.2 nm 处测量铈的吸光度,以校准曲线法求得铈量。

3 试剂

3.1 酒石酸。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 盐酸溶液(1+1)。

3.5 盐酸溶液(1+99)。

3.6 水合肼溶液(1+9)。

3.7 铈标准贮存溶液:称取 0.10 g 金属铈(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 1.0 g 酒石酸、30 mL 硝酸,盖上表面皿,低温加热至溶解完全,取下,冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.8 铈标准溶液:移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者,均可使用。

——特征浓度:在与测定试料溶液的基体相一致的溶液中,铈的特征浓度应不大于 0.4 μ g/mL。

——精密度:测量最高标准溶液的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%,测量最低标准溶液(不是“零”标准溶液)的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——校准曲线线性:将校准曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最底段的吸光度差值之比,不应小于 0.7。

5 试样

样品用丙酮去除油污,加工成碎屑,洗净,烘干,混匀。