

表 3 再现性限

$w_{(As, Sb, Bi)} / \%$	0.000 10	0.000 50	0.001 0	0.003 0
$R / \%$	0.000 07	0.000 15	0.000 3	0.000 7

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法过程的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

9 试验报告

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 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。

中华人民共和国有色金属行业标准

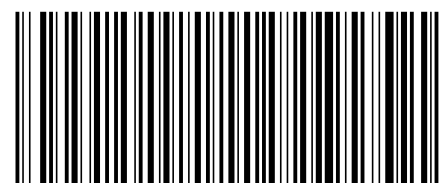
YS/T 281.15—2011

钴化学分析方法

第 15 部分:砷、锑、铋量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 15: Determination of arsenic, antimony and bismuth content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry



YS/T 281.15-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-23877

定价: 14.00 元

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

以水洗涤表皿及杯壁,煮沸,取下冷却后加入 200 mL 水,3.0 mL 硫酸锰溶液(3.16),煮沸。

5.3.2 用氨水调节 pH 为 1~2(用 pH 0.5~5.0 的精密试纸检查),加入 2.5 mL 高锰酸钾溶液(3.17),煮沸后用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀 7~8 次,沉淀用双氧水-稀硫酸溶液(3.18)洗至 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.7),加 10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.15),以水定容,混匀。

5.3.3 用硼氢化钾溶液(3.14)作为还原剂,盐酸(3.10)作为载流,氩气(3.23)作为屏蔽气和载气,于原子荧光光谱仪上,与系列标准溶液同时,测量试液(5.3.2)的荧光强度,减去空白试验溶液的荧光强度,从工作曲线上查出相应的砷、锑、铋的质量浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,8.00 mL,12.00 mL 砷、锑、铋混合标准溶液(3.22)于一组 100 mL 容量瓶中,加水至体积约 60 mL,加入 20 mL 盐酸(3.7),加 10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.15),以水定容,混匀。

5.4.2 在与测量试液(5.3.3)相同条件下,测量系列标准溶液的荧光强度,减去“零”浓度标准溶液的荧光强度。以砷、锑、铋浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算砷、锑、铋的质量分数,结果以%表示:

$$w_x = \frac{\rho \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m_0} \times 100\%$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的砷、锑、铋的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留两位有效数字。

7 精密度

7.1 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求得:

表 2 重复性限

$w_{(As, Sb, Bi)} / \%$	0.000 10	0.000 50	0.001 0	0.003 0
$r / \%$	0.000 05	0.000 1	0.000 2	0.000 5

7.2 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:

中华人民共和国有色金属
行业标准
钴化学分析方法
第 15 部分:砷、锑、铋量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
YS/T 281.15—2011

*

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
2012 年 8 月第一版 2012 年 8 月第一次印刷

*

书号:155066·2-23877 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 高锰酸钾溶液(50 g/L)。
- 3.18 过氧化氢-稀硫酸溶液:将 8.3 mL 浓硫酸(3.9)小心加入到 50 mL 水中,加入 2 mL 过氧化氢(3.12)用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.19 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 基准三氧化二砷(预先经 100 °C~105 °C 烘 1 h,置于硫酸干燥器中冷至室温)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),盖上表皿,低温加热至完全溶解,加 5 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用盐酸(1+1)中和至红色刚消失后再过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。
- 3.20 铋标准贮存溶液:称取 0.274 3 g 基准酒石酸铋钾溶于盐酸(3.10)中,移入 1 000 mL 容量瓶,用盐酸(3.10)定容,混匀,此溶液每 1 mL 含 100 μg 铋。
- 3.21 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铋($w_{\text{Bi}} > 99.95\%$)置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.11),盖上表皿,低温加热至完全溶解,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铋。
- 3.22 砷、铋、铋混合标准溶液:分别移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.19)、10.00 mL 铋标准贮存溶液(3.20)和 10.00 mL 铋标准贮存溶液(3.21)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.8)以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 砷、1 μg 铋、1 μg 铋。
- 3.23 高纯氩气($\geq 99.99\%$)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷、铋、铋高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用:

- 检出限:不大于 0.1 ng/mL。
- 精密度:用 10 ng/mL 的砷、铋、铋标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 2.0%。
- 工作曲线的相关系数不低于 0.995。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

砷、铋、铋含量($w_{\text{As,Sb,Bi}}/ \%$)	试料质量 m_0/g
0.000 10~0.001 2	1.00
0.001 2~0.003 0	0.25

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(3.8),盖上表皿,低温分解并蒸至粘稠状,

前 言

YS/T 281《钴化学分析方法》共分为如下 20 个部分:

- 第 1 部分:铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 2 部分:铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- 第 3 部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 4 部分:砷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 5 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 6 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分:铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:砷、铋、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 13 部分:硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 14 部分:碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 15 部分:砷、铋、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 16 部分:砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、铋、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法
- 第 17 部分:铝、锰、镍、铜、锌、镉、锡、铋、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- 第 18 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分:钙、镁、锰、铁、镉、锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 20 部分:氧量的测定 脉冲-红外吸收法

本部分为 YS/T 281 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)提出并归口。

本标准负责起草单位:金川集团有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位:金川集团有限公司。

本部分参加起草单位:江苏凯力克钴业股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人:文占杰、曾玲玲、杜宇春、吕庆成、伍一根、冯先进、李华昌。