

钴化学分析方法

第 16 部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、 硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定

直流电弧原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 16: Determination of arsenic, cadmium, copper, zinc, lead, bismuth, tin
antimony, silicon, manganese, iron, nickel, aluminum, and magnesium content—
Direct current arc atomic emission spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
钴化学分析方法
第 16 部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、
硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定
直流电弧原子发射光谱法
YS/T 281.16—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 1 字数 20 千字
2012 年 8 月第一版 2012 年 8 月第一次印刷

书号: 155066·2-23878 定价 18.00 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



YS/T 281.16-2011

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

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、锑、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、锑、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、锑、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、锑、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 16 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：北京矿冶研究总院、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：文占杰、王金玉、朱玉强、李希凯、吕庆成、刘玮、于力、张殿凯。

附录 B
(资料性附录)

应用直读光谱仪进行钴中杂质元素的分析

B.1 方法提要

试样用硝酸溶解,蒸发至干,灼烧成氧化物。同碳酸钡按照质量比 4:1 的比例混合,研成粉末,直流电弧阳极激发,依据各分析元素分析线和内标线强度的比值与浓度的工作曲线,得出分析元素的含量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 石墨电极(直径 6 mm):光谱纯,上电极车制成顶端为 2 mm~4 mm 的截锥型,试样电极车制成内径 4 mm,深 4 mm 的杯型。

B.2.2 碳酸钡:光谱纯。

B.2.3 钴光谱分析标准样品必须为经过有关权威部门认可的标准样品或供需双方同意确定的标准样品。

B.3 仪器和设备

ATOMCOMP2 000 型直读光谱仪;

检测器类型:CID38 型高效固态电荷注入式摄像系统;

波长覆盖:覆盖 195 nm 至 820 nm 范围内所有波长。

B.4 分析步骤

B.4.1 称取两份试样(每份约 5 g),按照 5.2.1 转化为氧化物研细。

B.4.2 分别称取氧化物粉末(B.4.1)2.000 g 同 0.500 g 碳酸钡(B.2.2)混合,在玛瑙研钵中磨匀后压入石墨试样电极(B.2.1)中,以截锥型电极为上电极,试样电极为下电极,按仪器分析条件(见表 B.1)及选定分析线对(见表 B.2)进行分析,每份试样至少进行三次激发,根据绘制的工作曲线得出各杂质元素含量,取其平均测定值为该份试样的分析结果。以两份有效平行试样分析结果的算术平均值为最终结果。

表 B.1 仪器分析条件

激发形式	极距/mm	激发电流/A	曝光时间/s
直流电弧阳极激发	4	9	65(各杂质元素分段曝光)

B.4.3 各分析元素分析线及内标线的选择见表 B.2(内标选用钴基体线):

钴化学分析方法
第 16 部分:砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、
硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定
直流电弧原子发射光谱法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 281 的本部分规定了钴中砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁等杂质元素含量的测定方法。

本部分对于钴中上述杂质元素含量的测定范围规定如下:对于测定工作曲线满足本标准要求的,各杂质元素的分析下限为所使用标准样品最低含量的 80%,分析上限为所使用标准样品最高含量的 120%;对于工作曲线局部满足要求的,选取工作曲线中满足本标准要求的部分确定各杂质元素的分析范围。

本部分规定了评价在电弧型发射光谱仪得到分析值的客观标准。由于现有的光谱仪设备范围广泛,完全规定光谱设备的所有条件存在困难,因此,本部分不用来规定仪器的型号或将仪器的响应换算为浓度单位的程序。

2 方法原理

试剂用硝酸溶解,蒸发至干,灼烧成氧化物,研成粉末,采用各种适宜的实验方法,利用发射光谱仪电弧激发进行试样分析并计算各杂质元素含量。

3 试剂和材料

如无特殊说明,所用试剂均为分析纯试剂,制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水或相当纯度的实验室用水。

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),优级纯。

3.2 硝酸(3+2)。

3.3 硝酸(1+9)。

3.4 石墨电极(光谱纯)。

3.5 钴光谱标准样品:必须为经过有关权威部门认可的标准样品或供需双方同意确定的标准样品。样品杂质含量参见附录 A。

3.6 玛瑙研钵。

4 仪器和设备

4.1 光谱仪:只要带有电弧激发装置,具有有效的仪器精确度,可使用具有任何检测器的发射光谱仪。