

表 2 重复性限

$w_{As}/\%$	0.005 3	0.024	0.052	0.075	0.10
$r/\%$	0.000 5	0.003	0.004	0.006	0.01
$w_{Sb}/\%$	0.005 3	0.026	0.052	0.078	0.10
$r/\%$	0.000 6	0.004	0.004	0.008	0.01
$w_{Bi}/\%$	0.005 2	0.025	0.050	0.073	0.10
$r/\%$	0.000 6	0.003	0.005	0.006	0.01

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。

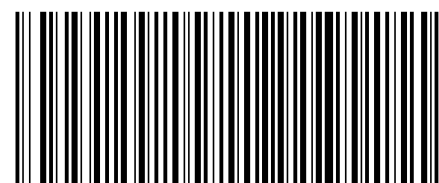
表 3 再现性限

$w_{As}/\%$	0.005 3	0.024	0.052	0.075	0.10
$R/\%$	0.000 8	0.004	0.006	0.009	0.02
$w_{Sb}/\%$	0.005 3	0.026	0.052	0.078	0.10
$R/\%$	0.000 9	0.006	0.007	0.011	0.02
$w_{Bi}/\%$	0.005 2	0.025	0.050	0.072	0.10
$R/\%$	0.000 8	0.004	0.008	0.010	0.02

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内容:

- 试样;
- 使用的标准 YS/T 820.17—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。



YS/T 820.17-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24306

定价: 14.00 元

红土镍矿化学分析方法

第 17 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 laterite nickel ores—
Part 17: Determination of arsenic, antimony and bismuth contents—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 1 分取试液体积

砷、锑、铋量/%	分取试液体积/mL
0.005 0~0.020	10.00
>0.020~0.040	5.00
>0.040~0.10	2.00

6.4.2 用硼氢化钾溶液(3.13)、盐酸(3.8)和氩气分别作为还原剂、载流和屏蔽气与载气,于原子荧光光谱仪上,测量试液和空白试液中砷、锑和铋的荧光强度,从相应的工作曲线上查出砷、锑和铋净荧光强度对应的砷、锑和铋浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷、锑、铋混合标准溶液(3.17)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.12),用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀,室温放置 30 min。

6.5.2 在与测量试液(6.4.2)相同条件下,测量标准溶液(6.5.1)中砷、锑和铋的荧光强度,减去“零”浓度标准溶液的荧光强度。分别以砷、锑和铋的浓度为横坐标,其净荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

砷、锑和铋量以质量分数 w_x 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得的砷、锑、铋的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
 - V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
 - V_2 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);
 - m ——试料的质量,单位为克(g);
 - V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。
- 计算结果表示到两位有效数字。

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求得。

中华人民共和国有色金属
 行业标准
 红土镍矿化学分析方法
 第 17 部分:砷、锑、铋量的测定
 氢化物发生-原子荧光光谱法
 YS/T 820.17—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 1 月第一版 2013 年 1 月第一次印刷
 *
 书号:155066·2-24306 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

氧化物,冷却,用盐酸(3.6)移入1 000 mL容量瓶中,用盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 铋。

3.16 铋标准贮存溶液:称取0.100 0 g金属铋($w_{\text{Bi}} \geq 99.99\%$)于300 mL烧杯中,加入10 mL硝酸(3.1),低温加热至完全溶解,加入90 mL硝酸(3.1),冷却,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 铋。

3.17 砷、锑、铋混合标准溶液:分别移取10.00 mL砷标准贮存溶液(3.14)、10.00 mL锑标准贮存溶液(3.15)和10.00 mL铋标准贮存溶液(3.16)于1 000 mL容量瓶中,加入50 mL盐酸(3.2),冷却,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.00 μg 砷、1.00 μg 锑和1.00 μg 铋。

3.18 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷、锑、铋高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于2.0 ng/mL;

——精密性:用10 ng/mL的砷、锑、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5.0%;

——工作曲线的相关系数不低于0.995。

5 试样

试样粒度应小于160 μm ,于105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘2 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,准确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,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聚四氟乙烯烧杯中,用水湿润,加10 mL硝酸(3.1)和5 mL氯化氢铵溶液(3.11),置于电热板上低温加热溶解至小体积,加2 mL硫酸(3.3),加热至冒浓烟时,取下冷却,加入5 mL盐酸(3.2),再置于电热板上低温加热至盐类溶解,取下冷却后,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按照表1分取试液于50 mL容量瓶中,加5 mL硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.12),用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀,室温放置30 min。

前 言

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

YS/T 820—2012《红土镍矿化学分析方法》共分为26个部分:

——第1部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第2部分:镍量的测定 丁二酮肟分光光度法;

——第3部分:全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;

——第4部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;

——第5部分:钴量的测定 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:钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第8部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法;

——第9部分:钨、钨含量测定 电感耦合等离子体-质谱法;

——第10部分:钙、钴、铜、镁、锰、镍、磷和锌量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;

——第11部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;

——第12部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第13部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第14部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第15部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第16部分:碳和硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法;

——第17部分:砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第18部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;

——第19部分:铝、铬、铁、镁、锰、镍和硅量的测定 能量色散X射线荧光光谱法;

——第20部分:铝量的测定 EDTA滴定法;

——第21部分:铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;

——第22部分:镁量的测定 EDTA滴定法;

——第23部分:钴、铁、镍、磷、氧化铝、氧化钙、氧化铬、氧化镁、氧化锰、二氧化硅和二氧化钛量的测定 波长色散X射线荧光光谱法;

——第24部分:湿存水量的测定 重量法;

——第25部分:化合水量的测定 重量法;

——第26部分:灼烧减量的测定 重量法。

本部分为YS/T 820—2012的第17部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准由北京矿冶研究总院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局、金川集团有限公司负责起草。

本部分起草单位:北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局起草。

本部分参加起草单位:广州有色金属研究院、中华人民共和国南通出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:陈殿耿、袁玉霞、何飞顶、李岩、董秀文、戴凤英、刘天平、侯晋、窦怀智。