

氧化钴化学分析方法 第4部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

Method for chemical analysis of cobalt oxide—
Part 4: Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
氧化钴化学分析方法
第4部分：砷量的测定
原子荧光光谱法
YS/T 710.4—2009

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.spc.net.cn

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
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

书号：155066·2-20577 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)68533533



YS/T 710.4—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 1 仪器参考工作条件

电流/mA	电压/V	载气流量/(mL/min)	读数时间/s	延时时间/s
30	270	700	16	4

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

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 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.1.1)、5 mL 硝酸(3.1.2),加盖表皿,置于电热板上低温加热将试样分解完全,蒸至体积 2 mL 左右,取下,冷却。

5.3.2 加入 20 mL 盐酸(3.2.2),微热溶解盐类,移入 200 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.2.3),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸(3.2.4)为载流,硼氢化钾溶液(3.2.5)为还原剂,以砷特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液砷的荧光强度,减去空白试验溶液(5.2)的荧光强度,从工作曲线上查出相应的砷浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液(3.3.2)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,每个容量瓶中分别加入 10 mL 盐酸(3.2.2)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.2.3),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料溶液相同的测定条件下测量砷标准溶液的荧光强度,减去“零”浓度溶液的荧光强度,以砷的浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算砷的质量分数 w_{As} ,数值以 % 表示:

$$w_{As} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的砷浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果应保留两位有效数字。

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:

前 言

YS/T 710《氧化钴化学分析方法》共分为 6 个部分:

——第 1 部分:钴量的测定 电位滴定法;

——第 2 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 3 部分:硫量的测定 高频燃烧红外吸收法;

——第 4 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;

——第 5 部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 6 部分:钙、镉、铜、铁、镁、锰、镍、铅和锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 710 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 D。与 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 D 相比,本部分主要有如下变动:

——用原子荧光光谱法替代 DDTC-Ag 分光光度法。

——补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:严伟强、何宗蒲、于力、汤淑芳、刘天平、戴凤英。