

钼精矿化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法

Methods for chemical analysis of molybdenum concentrate—
Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
钼精矿化学分析方法
砷量的测定
原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法
YS/T 555.3—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 0.75 字数 13 千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*
书号: 155066·2-20324 定价 16.00 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 555.3—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 4

砷的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.005 0	0.000 6
>0.005 0~0.010 0	0.001 0
>0.010~0.050	0.003
>0.050~0.100	0.008
>0.10~0.20	0.015
>0.20~0.40	0.025

18 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,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

前 言

YS/T 555《钼精矿化学分析方法》包括 11 个部分:

- YS/T 555.1 钼精矿化学分析方法 钼量的测定 钼酸铅重量法
- YS/T 555.2 钼精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
- YS/T 555.3 钼精矿化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法
- YS/T 555.4 钼精矿化学分析方法 锡量的测定 原子荧光光谱法
- YS/T 555.5 钼精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼蓝分光光度法
- YS/T 555.6 钼精矿化学分析方法 铜、铅、铋、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.7 钼精矿化学分析方法 氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.8 钼精矿化学分析方法 钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 555.9 钼精矿化学分析方法 钾量和钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- YS/T 555.10 钼精矿化学分析方法 铈量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- YS/T 555.11 钼精矿化学分析方法 油和水分总含量的测定 重量法

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 555.3—2006《钼精矿化学分析方法 砷量的测定》(原 GB/T 15079.3—1994)。

本部分与 YS/T 555.3—2006 相比主要变化如下:

——测定方法增加了原子荧光光谱法;

——增加了精密度条款;

——对文本格式进行了修改,补充了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:金堆城钼业集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:江西铜业公司(德兴)矿山新技术开发有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司。

本部分主要起草人:任娟玲、张东雯、王郭亮、程景峰、苏雄。

本部分主要验证人:束斌强、周银华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15079.3—1994;

——YS/T 555.3—2006。

(ρ 1.05 g/mL)], 2 h 后取出, 晾干备用。

12.14 二乙基二硫代氨基甲酸银(DDTC-Ag)三氯甲烷吸收液: 称取 2 g DDTC-Ag 于 500 mL 烧杯中, 加入 485 mL 三氯甲烷(12.7)、15 mL 三乙醇胺, 搅拌使其溶解, 过滤于棕色瓶中。

12.15 氨水溶液:(2+98)。

12.16 砷标准贮存溶液: 称取 0.132 0 g 预先在 100℃~105℃ 烘干 2 h 的三氧化二砷基准试剂置于烧杯中, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)微热溶解后, 加入 40 mL 水、1 滴酚酞溶液(1 g/L)用硫酸(12.8)中和至无色并过量 2 滴, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

12.17 砷标准溶液: 移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液(12.16)置于 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 砷。

13 仪器

13.1 分光光度计。

13.2 砷化氢发生器(125 mL)。

14 试样

试样应预先脱去油和水分, 其粒度小于 0.090 mm。试样应在 100℃~105℃ 烘 1 h 后, 置于干燥器中冷却至室温。

15 分析步骤

15.1 试料

按表 2 称取试样, 精确至 0.000 1 g。独立地进行两次测定, 结果取其平均值。

表 2

砷质量分数/%	试料量/g
<0.001 0	1.000 0
>0.001 0~0.004 0	0.500 0
>0.004 0~0.010	0.200 0
>0.010~0.40	0.100 0

15.2 空白试验

随同试料做空白试验。

15.3 测定

15.3.1 将试料(15.1)置于 300 mL 烧杯中, 以水润湿, 加入 20 mL 硝酸(12.4)、0.5 g 氯酸钾(12.2)盖上表面皿, 低温溶解, 蒸至体积约 5 mL, 加入 8 mL 硫酸(12.8)蒸至冒浓厚白烟, 取下冷却。

15.3.2 用水洗涤表皿及杯壁, 稀释至溶液体积约 50 mL, 加入 5 mL 硫酸铁铵溶液(12.10), 煮沸, 取下稍冷, 缓慢加入氨水(12.6)至氢氧化铁沉淀出现并过量 15 mL, 煮沸约 5 min, 过滤, 用热氨水溶液(12.15)洗涤沉淀 4 次。

15.3.2.1 当砷含量 \leq 0.010%, 用 6.0 mL 硫酸(12.8)将沉淀溶解入砷化氢发生瓶中, 以水洗涤滤纸 4 次、稀释溶液体积至 35 mL, 混匀。

15.3.2.2 当砷含量 $>$ 0.010%, 滴入 3.0 mL 硫酸(12.8)溶解沉淀于 100 mL 容量瓶中, 以水洗涤滤纸 4 次并稀释至刻度, 混匀。按表 3 移取溶液并补加硫酸(12.8)于砷化氢发生瓶中, 用水稀释至 35 mL, 混匀。

钼精矿化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法

方法 1 原子荧光光谱法

1 范围

本方法规定了钼精矿中砷量的测定方法。

本方法适用于钼精矿中砷量的测定。测定范围: 0.000 03%~0.001 0%。

2 方法提要

试料经王水分解, 在酸性介质中, 用硫脲-抗坏血酸将五价的砷还原为三价, 再用硼氢化钾与三价的砷作用生成氢化物, 将氢化物导入原子化器, 以空心阴极灯为光源, 在原子荧光光谱仪上测定砷的荧光强度。在一定范围内, 荧光强度与被测元素的含量成正比。加入铁盐可消除干扰。

3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL), 优级纯。

3.3 王水(优级纯试剂配制)。

3.4 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

3.5 盐酸溶液(1+1), 优级纯试剂配制。

3.6 酒石酸溶液(80 g/L)。

3.7 三氯化铁溶液: 称取 4.5 g FeCl_3 溶于 100 mL 盐酸(3.2)中, 再加入 200 mL 水混匀。

3.8 硫脲-抗坏血酸混合液: 分别称取 5 g 硫脲和 5 g 抗坏血酸溶于 100 mL 水中, 混匀。用时现配。

3.9 硼氢化钾溶液: 称取 10 g 硼氢化钾溶于 500 mL 预先配制好的氢氧化钠溶液(5 g/L)中, 溶解后用脱脂棉过滤。用时现配。

3.10 砷标准贮存溶液: 称取 0.132 0 g 光谱纯三氧化二砷溶于 10 mL 的氢氧化钠溶液(3.4)中, 加入 5 mL 盐酸(3.5), 移入 1 000 mL 容量瓶, 再用盐酸(1+9)稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

3.11 砷标准溶液: 移取 5 mL 砷标准贮存液(3.10)于 500 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+4)稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 砷。

4 仪器

原子荧光光谱仪(砷空心阴极灯)。

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 1×10^{-9} g/mL;

——精密度: 用 0.1 μ g/mL 的砷标准溶液测量荧光强度 10 次, 其标准偏差不超过荧光强度的 0.5%;