

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 990.17—2015

冰铜化学分析方法 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper matte—
Part 17: Determination of cobalt content—
Atomic absorption spectrometry

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

前 言

YS/T 990《冰铜化学分析方法》分为以下 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金重量法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；
- 第 4 部分：铋量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：镉量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；
- 第 11 部分：镍量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 13 部分：氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 15 部分：铈量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铅、锌、镍、砷、铋、锑、钙、镁、镉、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 17 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)归口。

本部分负责起草单位：中条山有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：天津出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：宁波出入境检验检疫局、广州有色金属研究院、杭州富春江冶炼有限公司、湖南宇腾有色金属股份有限公司、常熟出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：王虹、肖葵、胡德新、刘在美、戴凤英、金玲、蒋元久、王慧、史红兰、王芳、廖家章、汪艳红、李小平。

冰铜化学分析方法

第 17 部分:钴量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 990 的本部分规定了冰铜中钴量的测定方法。

本部分适用于冰铜中钴量的测定。测定范围(质量分数)为 0.040%~0.40%。

2 方法提要

试料经盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸分解,用盐酸溶解盐类,过滤定容。在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处,使用空气-乙炔火焰,测量钴的吸光度,计算钴量。

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 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。

3.6 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

3.7 钴标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钴($w_{Co}\geq 99.95\%$),置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(3.4)溶解完全,加热煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

3.8 钴标准溶液:移取 10.00 mL 钴标准贮存溶液(3.7)于 200 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 钴。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钴空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量试液基本一致的溶液中,钴的特征浓度应不大于 0.07 μ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 0.3%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.70。