

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 745.9—2012

铜阳极泥化学分析方法 第9部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper anode slime—
Part 9: Determination of antimony content—
Flame atomic absorption spectrophotometry method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

YS/T 745《铜阳极泥化学分析方法》分为 9 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第 3 部分：铂量和钯量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：硒量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：碲量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 6 部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 9 部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 YS/T 745 的第 9 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：大冶有色金属有限公司。

本部分起草单位：广州有色金属研究院。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、江西铜业股份有限公司、湖南水口山有色金属集团有限责任公司。

本部分主要起草人：戴凤英、张永进、刘天平、刘晓辉、林海山、王琳、赵晓配、唐华全、曾君、杜涛、李琴美、谭平生。

铜阳极泥化学分析方法

第9部分:铈量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 745 的本部分规定了铜阳极泥中铈含量的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥中铈含量的测定。测定范围:0.50%~10.00%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,加入氟化氢铵溶解硅酸盐,加入硫酸冒烟。以酒石酸溶液为络合剂,在盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 217.6 nm 处测量铈的吸光度,按工作曲线法计算铈的含量。

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 氟化氢铵。

3.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)。

3.4 硫酸 ($\rho=1.84$ g/mL)。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 铈标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铈($\geq 99.95\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(3.4),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,取下冷却。用硫酸(1+3)将溶液移入 500 mL 容量瓶中,并用硫酸(1+3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.7 铈标准溶液:移取 25.00 mL 铈标准贮存溶液(3.6)于 250 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——灵敏度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,测量铈标准溶液的特征浓度应不大于 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)测量 10 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 0.7。