

YS/T XXXX.9-201X

ICS 77.120.60

H 13

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铜冶炼烟尘化学分析方法

第9部分：锑量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper smelting soot—

Part 9:Determination of Antimony content

Flame atomic absorption spectrometry method

（预审稿）

前 言

YS/T XXXX-201X 《铜冶炼烟尘化学分析方法》分为9个部分：

——第1部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法；

——第2部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第3部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法；

——第4部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第5部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；

——第6部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法；

——第8部分：银和金含量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；

——第9部分：锑含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

本部分为YS/T XXXX-201X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）提出并归口。

本标准负责起草单位：

本部分负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司

本部分参加起草单位：河南豫光金铅股份有限公司、云南锡业股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、广东先导稀材股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、中条山有色金属集团有限公司、江西铜业股份有限公司、北矿检验技术有限公司、山东祥光铜业有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司。

本部分主要起草人：

铜冶炼烟尘化学分析方法

第9部分：锑含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了铜冶炼烟尘中锑含量的测定方法。

本部分适用于铜冶炼烟尘中锑含量的测定。测定范围：0.080%~7.00%。

2 方法提要

试样用盐酸、硝酸溶解，在10%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，测量锑的吸光度，用工作曲线法计算锑量。

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 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.3 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.4 硫酸（ρ1.84g/mL）。

3.5 溴。

3.6 盐酸（1+9）。

3.7 氟化氢铵饱和溶液（贮存于聚乙烯瓶中）。

3.8 锑标准贮存溶液：准确称取1.0000g金属锑（*wSb* ≥99.995％）置于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（3.2），盖上表皿，加热至完全溶解，冷至室温。移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锑。

3.9 锑标准溶液：移取50.00mL锑标准贮存溶液（3.8）于250 mL容量瓶中，加入25 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 μg锑。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附锑空心阴极灯。

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：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，锑的特征浓度应不大于0.268μg/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”浓度标准溶液）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五段，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0.8。

5 试样

5.1 试样的粒度应不大于100 um。

5.2 试样应在105 ℃±5 ℃烘干2 h，并置于干燥器中冷至室温备用。

6 试验步骤

6.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两份试验。

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（5）置于150mL烧杯中，用少量水润湿，加入2 mL氟化氢铵饱和溶液（3.7）、15mL盐酸（3.2），盖上表面皿，置于电热板上低温加热3-5 min，取下稍冷。加入10 mL硝酸（3.3），加热使试料完全分解，蒸至约剩1-2 mL，取下稍冷。

注1：加入硝酸后，如析出单体硫，加入0.5mL溴（3.5）。

2：如试料含碳量较高，在加入硝酸后，加入2-3mL硫酸（3.4）。

6.4.2用少量水吹洗表面皿及杯壁，加入10 mL盐酸（3.2），煮沸使可溶性盐类溶解，取下、冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.3根据试料中锑量，按表1分取试液，置于相应容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度，摇匀。于原子吸收光谱仪波长217.6 nm处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，测定试液及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应锑的浓度。

表1 称样量、试液分取量及定容体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 锑的质量分数/% | 称样量/g | 试液分取量/mL | 分取后定容体积/mL |
| 0.080~0.30 | 0.50 | —— | —— |
| 0.30~0.80 | 0.20 | —— | —— |
| 0.80~2.00 | 0.20 | 20 | 50 |
| 2.00~7.00 | 0.20 | 5 | 50 |

6.4.2 工作曲线的绘制

分别移取0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL锑标准溶液（3.9）于一组100mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），以水稀释至刻度、混匀。

使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长217.6 nm处，以水调零，测量系列锑标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以锑的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 试验数据处理

锑含量以锑的质量分数*w*Sb计，数值以%表示，按公式（1）计算：

 …………………………（1）

式中：

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*ρ*0——自工作曲线上查得空白溶液中锑的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*1——自工作曲线上查得试液中锑的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后两位；小于0.10%时，表示到小数点后三位。

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或外延法求得：

表2重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

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或外延法求得：

表3再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb/% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

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的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/TXXXX.9-201X）；

——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。