

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 820.17—2012

红土镍矿化学分析方法 第 17 部分：砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of laterite nickel ores—
Part 17: Determination of arsenic, antimony and bismuth contents—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
红土镍矿化学分析方法
第 17 部分：砷、锑、铋量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
YS/T 820.17—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 010-68522006

2013 年 1 月第一版

*

书号: 155066 · 2-24306

版权专有 侵权必究

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YS/T 820—2012《红土镍矿化学分析方法》共分为 26 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 3 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 4 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法；
- 第 9 部分：钨、钨含量测定 电感耦合等离子体-质谱法；
- 第 10 部分：钙、钴、铜、镁、锰、镍、磷和锌量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法；
- 第 11 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法；
- 第 12 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：碳和硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法；
- 第 17 部分：砷、铋、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：铝、铬、铁、镁、锰、镍和硅量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 20 部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 21 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 22 部分：镁量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 23 部分：钴、铁、镍、磷、氧化铝、氧化钙、氧化铬、氧化镁、氧化锰、二氧化硅和二氧化钛量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 24 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 25 部分：化合水量的测定 重量法；
- 第 26 部分：灼烧减量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 820—2012 的第 17 部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准由北京矿冶研究总院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局、金川集团有限公司负责起草。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局起草。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、中华人民共和国南通出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：陈殿耿、袁玉霞、何飞顶、李岩、董秀文、戴凤英、刘天平、侯晋、窦怀智。

红土镍矿化学分析方法

第 17 部分：砷、锑、铋量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

YS/T 820 的本部分规定了红土镍矿中砷、锑、铋量的测定方法。

本部分适用于红土镍矿中砷、锑、铋量的测定。、测定范围：0.005 0%~0.10%。

2 方法提要

试料经硝酸、硫酸溶解，用盐酸溶解盐类。用抗坏血酸进行预还原，用硫脲掩蔽干扰元素，在氢化物发生器中，砷、锑、铋被硼氢化钾还原为氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测定其荧光强度。

3 试剂

除非另有说明外，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 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+9)。
- 3.7 盐酸(1+19)。
- 3.8 盐酸(1+49)。
- 3.9 氢氧化钾溶液(5 g/L)。
- 3.10 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 3.11 氟化氢铵溶液(100 g/L)。
- 3.12 硫脲-抗坏血酸混合溶液(100 g/L)：称取硫脲、抗坏血酸各 20 g 溶解于 200 mL 水中。现用现配。
- 3.13 硼氢化钾溶液(15 g/L)：称取 3.0 g 硼氢化钾溶于 200 mL 氢氧化钾溶液(3.9)中。现用现配。
- 3.14 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷(预先在 105 °C \pm 5 °C 烘 1 h，置于干燥器中冷却至室温)于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.10)，低温加热使其溶解，加 2 滴酚酞乙醇溶液(3.18)，用盐酸(3.5)中和至红色刚消失后再过量 2 mL，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。
- 3.15 锑标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锑($w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中，加入 30 mL 硝酸(3.1)和 4 g 酒石酸，低温加热溶解，并蒸至近干，稍冷，加入 50 mL 盐酸(3.5)，加热溶解，煮沸除去氮的