

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 226.2—2009
代替 YS/T 226.2—1994

硒化学分析方法 第 2 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of selenium—
Part 2: Determination of antimony content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 226《硒化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 3 部分：铝量的测定 铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分：汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法
- 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：硫量的测定 对称二苯氨基脲分光光度法
- 第 7 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：硒量的测定 硫代硫酸钠容量法
- 第 13 部分：银、铝、砷、硼、汞、铋、铜、镉、铁、镓、铟、镁、镍、铅、硅、锑、锡、碲、钽、铀、钨、锌量的测定 电感耦合等离子体质谱法

本部分为 YS/T 226 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 226.2—1994《硒中铈量的测定 孔雀绿吸光光度法》。与 YS/T 226.2—1994 相比,本部分主要有如下变化:

- 由孔雀绿分光光度法改变为氢化物发生-原子荧光光谱法。
- 测定范围由 0.000 2%~0.002 0%扩大至 0.000 2%~0.010%。
- 补充了质量保证和控制条款,增加了重复性限。

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:金川集团有限公司。

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。

本部分主要起草人:刘天平、戴凤英、郭蕾、杜宇春、樊占芳、高红波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 2111—1980;
- YS/T 226.2—1994。

硒化学分析方法

第 2 部分: 锑量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

YS/T 226 的本部分规定了硒中锑量的测定方法。

本部分适用于硒中锑量的测定。测定范围: 0.000 2%~0.010%。

2 方法提要

试料用硝酸、盐酸溶解, 在 5 mol/L~6 mol/L 盐酸介质中, 用氯化羟胺将硒还原成单质硒, 使其与杂质元素分离。在盐酸介质中, 以硼氢化钾作还原剂, 用氩气作载气, 将生成的氢化物导入石英炉原子化器中, 在原子荧光光谱仪上测量锑的荧光强度。

3 试剂和材料

除非另有说明, 分析中所用试剂为分析纯的试剂, 分析用水为一次蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 氯化羟胺。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL), 优级纯。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL), 优级纯。

3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL), 优级纯。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+4)。

3.7 盐酸(1+9)。

3.8 硫酸(1+3)。

3.9 硼氢化钾溶液(20 g/L): 称取 10.0 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中, 现配现用。

3.10 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L+50 g/L): 分别称取硫脲、抗坏血酸各 25 g, 加水溶解后稀释至 500 mL, 现配现用。

3.11 锑标准贮存溶液: 称取 0.500 0 g 金属锑(锑的质量分数 \geq 99.95%)置于 250 mL 烧杯中, 加入 20 mL 硫酸(3.4), 加热溶解完全后, 冷却, 用硫酸(3.8)稀释, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 再用硫酸(3.8)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 500 μ g 锑。

3.12 锑标准溶液 A: 移取 10.00 mL 锑标准贮存溶液(3.11)置于 250 mL 容量瓶中, 用盐酸(3.6)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 锑。

3.13 锑标准溶液 B: 移取 10.00 mL 锑标准溶液 A(3.12)置于 200 mL 容量瓶中, 用盐酸(3.7)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 锑。

3.14 氩气(氩的质量分数 \geq 99.99%)。

4 仪器

原子荧光光谱仪, 附锑特种空心阴极灯及断续流动进样装置。

在仪器最佳工作条件下, 凡能达到下列指标者均可使用: