



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 252.3—2007
代替 YS/T 252.3—1994

高镍锍化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of nickel matte—
Determination of cobalt content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前　　言

YS/T 252《高镍锍化学分析方法》分为五个部分：

YS/T 252.1	高镍锍化学分析方法	镍量的测定	丁二酮肟重量法
YS/T 252.2	高镍锍化学分析方法	铁量的测定	碘基水杨酸光度法
YS/T 252.3	高镍锍化学分析方法	钴量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 252.4	高镍锍化学分析方法	铜量的测定	硫代硫酸钠滴定法
YS/T 252.5	高镍锍化学分析方法	硫量的测定	燃烧-中和滴定法

本部分为第3部分。

本部分代替YS/T 252.3—1994《亚硝基红盐光度法测定钴量》。与YS/T 252.3—1994相比,本部分主要有如下变化:

- 测定方法由亚硝基红盐分光光度法改为火焰原子吸收光谱法;
- 测定范围由0.30%~1.50%调整为0.1%~2%;
- 增加了重复性限,补充了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人:刘海东、喻生洁、吕庆成、林秀英、赵军锋、朱玉强。

本部分主要验证人:汤淑芳、于力、麦丽碧、戴凤英、张永进。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分的历次发布的标准版本:

- GB 5194.3—1985;
- YS/T 252.3—1994。

高镍锍化学分析方法

钴量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了高镍锍中钴量的测定方法。

本部分适用于高镍锍中钴量的测定。测定范围:0.1%~2%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸-氯酸钾饱和溶液分解,在盐酸(2+98)介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处,扣除背景,测量其吸光度,按标准曲线法计算钴量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 氨水(1+3)。

3.5 硝酸-氯酸钾饱和溶液:将氯酸钾溶解于硝酸(3.2)中直至饱和。

3.6 钴标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钴(钴的质量分数 $\geq 99.95\%$),于 400 mL 烧杯中,缓慢加入 20 mL 硝酸(3.3),盖上表面皿,低温加热使其完全溶解,取下,用水吹洗表面皿及杯壁,加热煮沸驱除氮的氧化物,取下。冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水洗涤表面皿及杯壁,洗液并入容量瓶中,以水定容,此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

3.7 钴标准溶液:移取 20.00 mL 钴标准贮存溶液(3.6)于 200 mL 容量瓶中,以水定容。此溶液 1 mL 含 100 μg 钴。

4 仪器

原子吸收光谱仪(具有扣除背景功能),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 0.06 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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”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 0.85。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.400 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。