

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 710.4—2009

---

## 氧化钴化学分析方法 第4部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

Method for chemical analysis of cobalt oxide—  
Part 4: Determination of arsenic content—  
Atomic fluorescence spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

YS/T 710《氧化钴化学分析方法》共分为 6 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 4 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：钙、镉、铜、铁、镁、锰、镍、铅和锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 710 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 D。与 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 D 相比，本部分主要有如下变动：

- 用原子荧光光谱法替代 DDTC-Ag 分光光度法。
- 补充了精密度与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。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：严伟强、何宗蒲、于力、汤淑芳、刘天平、戴凤英。

# 氧化钴化学分析方法

## 第4部分:砷量的测定

### 原子荧光光谱法

#### 1 范围

YS/T 710 的本部分规定了氧化钴中砷量的测定方法。

本部分适用于氧化钴中砷量的测定。测定范围:0.001 0%~0.020%。

#### 2 方法提要

试料用王水溶解,在盐酸溶液中,以硫脲-抗坏血酸进行预还原,在氢化物发生器中,砷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量砷的荧光强度。

#### 3 试剂

##### 3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。

3.1.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

##### 3.2 溶液

3.2.1 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

3.2.2 盐酸(1+1)。

3.2.3 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L+50 g/L,用时现配):称取硫脲,抗坏血酸各 25 g 于 300 mL 烧杯中,待溶解后定容至 500 mL 容量瓶中。

3.2.4 盐酸(1+9)。

3.2.5 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取 15 g 硼氢化钾,溶于 1 000 mL 氢氧化钾(100 g/L)溶液中,用时现配。

##### 3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液:称取 0.132 1 g 三氧化二砷基准试剂(预先在 100 °C~105 °C 烘 1 h,并置于干燥器中冷至室温)于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钠溶液(3.2.1),低温加热溶解完全,用盐酸中和至微酸性,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。

3.3.2 砷标准溶液:移取 5.00 mL 砷标准贮存溶液(3.3.1),置于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.1.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu$ g 砷。

#### 4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于  $1 \times 10^{-9}$  g/mL;

——精密度:用 0.1  $\mu$ g/mL 的砷标液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度 5.0%。

仪器参考工作条件见表 1。