

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 775.4—2011

铅阳极泥化学分析方法 第4部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—

Part 4: Determination of antimony content—

Flame atomic absorption spectrophotometry and cerium sulfate titrimetric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：铈量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；
- 第 5 部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第 6 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 7 部分：砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分重叠含量范围的仲裁分析采用方法二。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：陕西东岭冶炼有限公司。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院、锡矿山闪星锡业有限公司。

本部分参加起草单位：中金岭南有色金属有限公司韶关冶炼厂、陕西东岭冶炼有限公司、河池市南方有色冶炼有限责任公司、中冶葫芦岛有色金属集团公司、湖南有色金属研究院。

方法一主要起草人：陈殿耿、阴东霞、张威、顾丽、车红芳、罗丹妮。

方法二主要起草人：姚兴娜、宋应球、杨萍、龙小会、黄明山、韦永保、蒙英宁、么苓、刘丽敏、李红、庞文林、邹智。

铅阳极泥化学分析方法

第4部分:铈量的测定

方法一 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法规定了铅阳极泥中铈量的测定方法。

本方法适用于铅阳极泥中铈量的测定,测定范围为5.00%~13.00%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸的混合酸分解,加酒石酸络合铈。在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长217.6 nm处,使用空气-乙炔火焰测量铈的吸光度。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 混合酸:盐酸+硝酸(3+1)。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 铈标准贮存溶液:称取0.5000 g金属铈($w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$),置于250 mL烧杯中,加入5 g酒石酸和30 mL硝酸(3.2),电热板上加热溶解,取下,冷至室温,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg铈。

3.7 铈标准溶液:移取20.00 mL铈标准贮存溶液(3.6)于200 mL容量瓶中,加入40 mL盐酸(3.1)、10 mL酒石酸溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标值均可使用。

灵敏度:铈的特征浓度应不大于0.30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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”浓度溶液)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,最高段的吸光度值与最低段的吸光度差值之比应不小于0.7。