



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.15—2006
代替 YS/T 372.6—1994

贵金属合金元素分析方法 锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of antimony content—
The flame atomic absorption spectrometric method

2006-05-25 发布

2006-12-01 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 372《贵金属合金元素分析方法》是对 YS/T 372—1994、YS/T 373—1994、YS/T 374—1994 和 YS/T 375—1994 的整合修订,分为 22 个部分:

- 第 1 部分:银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- 第 2 部分:铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法;
- 第 3 部分:钯量的测定 丁二肟析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 4 部分:铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 5 部分:PtCu 合金中铜量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 6 部分:铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:钴量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 8 部分:PtCo 合金中钴量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 9 部分:镍量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 10 部分:AuNi 及 PdNi 合金中镍量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 11 部分:镁量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 12 部分:锌量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 13 部分:锡量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 14 部分:锰量的测定 高锰酸钾电位滴定法;
- 第 15 部分:锑量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:镓量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 17 部分:钨量和铼量的测定 钨酸重量法和硫脲分光光度法;
- 第 18 部分:钆量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 19 部分:钇量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 20 部分:镉量的测定 碘化钾析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 21 部分:锆量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 22 部分:铟量的测定 EDTA 络合滴定法。

本部分为第 15 部分。

本部分是对 YS/T 372.6—1994 中锑含量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 372.6—1994 相比,主要有如下变动:

- 将原标准中的分光光度法修订为原子吸收光谱法。
- 修订了锑含量的测定范围和允许差。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 372.6—1994。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:金娅秋。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 946(Au-6)—78、YS/T 372.6—1994

贵金属合金元素分析方法

锑量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了金锑合金中锑含量的测定方法。

本标准适用于 AuSb 合金中锑含量的测定。测定范围:0.2%~1.2%。

2 方法提要

合金试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解,水合肼还原分离金。在盐酸介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 231.2 nm 处测量锑的吸光度,以校准曲线法求得锑量。

3 试剂

3.1 酒石酸。

3.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.4 盐酸溶液(1+1)。

3.5 盐酸溶液(1+99)。

3.6 水合肼溶液(1+9)。

3.7 锑标准贮存溶液:称取 0.10 g 金属锑(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 1.0 g 酒石酸、30 mL 硝酸,盖上表面皿,低温加热至溶解完全,取下,冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锑。

3.8 锑标准溶液:移取 10.00 mL 锑标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锑。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附锑空心阴极灯。

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:在与测定试料溶液的基体相一致的溶液中,锑的特征浓度应不大于 0.4 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度:测量最高标准溶液的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%,测量最低标准溶液(不是“零”标准溶液)的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——校准曲线线性:将校准曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最底段的吸光度差值之比,不应小于 0.7。

5 试样

样品用丙酮去除油污,加工成碎屑,洗净,烘干,混匀。