

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.6—2009
代替 YS/T 556.6—2006

锑精矿化学分析方法 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 6: Determination of selenium content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 556—2009《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：锑、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：锑等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 6 部分。

本部分代替 YS/T 556.6—2006《锑精矿化学分析方法 硒量的测定》(原 GB/T 15080.6—1994)。

与 YS/T 556.6—2006 相比,本部分有如下变动：

- 3.3‘—二氨基联苯胺分光光度法改为氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 增加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：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司起草。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、湖南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、毛晓红、袁玉霞、杨万彪、李树森、陈新焕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.6—1994；
- YS/T 556.6—2006。

锑精矿化学分析方法

第6部分: 硒量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了锑精矿中硒量的测定方法。

本部分适用于锑精矿中硒量的测定。测定范围: 0.000 3%~0.050%。

2 方法提要

试料用王水溶解,加酒石酸掩蔽基体锑,在氢化物发生器中,硒与硼氢化钾生成氢化物,由氩气导入石英炉原子化器中,在原子荧光光谱仪上测量硒的荧光强度。

3 试剂及材料

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 硼氢化钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 王水(用时现配)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.7 硼氢化钾溶液(15 g/L)。

称取 7.5 g 硼氢化钾(3.1),加 25mL 氢氧化钠溶液(3.6),溶解完全,加水定容至 500 mL。用时现配。

3.8 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.9 标准溶液。

3.9.1 硒标准贮存溶液

称取 0.100 0 g 纯硒($w_{\text{Se}} \geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.3),沸水浴上加热溶解并蒸干,冷却,加水溶解清亮,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硒 100 μg 。

3.9.2 硒标准溶液

移取 1.00 mL 硒标准贮存溶液(3.9.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硒 1 μg 。

3.9.3 硒标准溶液

移取 10.00 mL 硒标准溶液(3.9.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硒 0.1 μg 。

3.10 材料。

氩气($\geq 99.99\%$)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附硒特种空心阴极灯。