

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 226.1—2009
代替 YS/T 226.1—1994

硒化学分析方法 第 1 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of selenium—
Part 1: Determination of bismuth content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

硒化学分析方法

第 1 部分:铋量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

YS/T 226 的本部分规定了硒中铋量的测定方法。

本部分适用于硒中铋量的测定。测定范围:0.000 2%~0.010%。

2 方法提要

试料用硝酸、盐酸溶解,在 5 mol/L~6 mol/L 盐酸介质中,用氯化羟胺将硒还原成单质硒,使其与杂质元素分离。在盐酸介质中,以硼氢化钾作还原剂,用氩气作载气,将生成的氢化物导入石英炉原子化器中,在原子荧光光谱仪上测量铋的荧光强度。

3 试剂和材料

除非另有说明,分析中所用试剂为分析纯的试剂,分析用水为一次蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 氯化羟胺。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取 7.5 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中,现配现用。

3.8 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L+50 g/L):分别称取硫脲、抗坏血酸各 25 g,加水溶解后稀释至 500 mL,现配现用。

3.9 铋标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铋(铋的质量分数 \geq 99.95%)置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.4),盖上表皿,于电热板上低温加热至完全溶解,取下冷却,移入预先加入 150 mL 硝酸(3.4)的 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μ g 铋。

3.10 铋标准溶液 A:移取 10.00 mL 铋标准贮存溶液(3.9)置于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 铋。

3.11 铋标准溶液 B:移取 10.00 mL 铋标准溶液 A(3.10)置于 200 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 铋。

3.12 氩气($Ar \geq 99.99\%$)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附铋特种空心阴极灯及断续流动进样装置。

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 ng/mL。

——精密度:用 100 ng/mL 的铋标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%。