

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.11—2011

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 11 部分：锰量的测定 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 11: Determination of manganese content—
Flame atomic absorption spectrometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 358《钽铁、铌铁精矿化学分析方法》包括 12 个部分：

- 第 1 部分：钽、铌量的测定 纸上色层重量法；
- 第 2 部分：二氧化钛量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第 4 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：铀量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 8 部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：锑量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：锰量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：湿存水量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 358 的第 11 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：赣州有色冶金研究所、九江钽铌有限责任公司、从化钽铌冶炼厂、宜春钽铌矿。

本部分主要起草人：陈涛、赖剑、邓延安、宋金华、黄双、王家榕、陈忠菊。

钽铁、铌铁精矿化学分析方法

第 11 部分: 锰量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

本方法规定了钽铁、铌铁精矿中锰含量的测定方法。

本方法适用于钽铁、铌铁精矿中锰量的测定。测定范围为 0.20%~5.00%。

2 方法提要

试样以硝酸、氢氟酸加热分解。在适宜的酸度下,用酒石酸络合钽、铌,于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰测量锰的吸光度,用工作曲线法计算锰的含量。钽铁、铌铁精矿中的杂质不干扰测定。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 酒石酸溶液(100 g/L)。

3.6 锰标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锰[$w(\text{Mn})\geq 99.99\%$]于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.4),加热溶解后,蒸至近干,冷却,加入 10 mL 盐酸(3.3),加水煮沸溶解,冷却,定容于 1 000 mL 容量瓶中,混匀,此溶液 1 mL 相当于 1 mg 锰。

3.7 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,此溶液 1 mL 相当于 100 μg 锰。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附锰空心阴极灯。

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:在与测量溶液基体相一致的溶液中,锰的特征浓度应不大于 0.058 $\mu\text{g}/\text{mL}$;

——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 1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%;

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

5 试样

5.1 试样粒度小于 0.074 mm。