

YS/T 227.2—2010

- 使用的标准；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

YS/T 227.2—2010

ICS 77.120.99
H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 227.2—2010
代替 YS/T 227.2—1994

碲化学分析方法
第 2 部分：铝量的测定
铬天青 S-溴代十四烷基吡啶
胶束增溶分光光度法

Methods for chemical analysis of tellurium—
Part 2: Determination of aluminium content—
Chromazurol S-Tetradecyl bromide pyridine micellar
solubilization spectrophotometry



YS/T 227.2-2010

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·2-21506

定价： 14.00 元

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
 行业标准
 确化学分析方法
 第 2 部分：铝量的测定
 铬天青 S-溴代十四烷基吡啶
 胶束增溶分光光度法
 YS/T 227.2—2010

中国标准出版社出版发行
 北京复兴门外三里河北街 16 号
 邮政编码：100045
 网址 www.spc.net.cn
 电话：68523946 68517548
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
 2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷
 书号：155066·2-21506 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
 版权专有 侵权必究
 举报电话：(010)68533533

7 分析结果的计算

按式(1)计算铝的质量分数 w_{Al} ，数值以 % 表示：

$$w_{Al} = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——自工作曲线上查得的铝量，单位为微克(μg)；
 - V ——试液总体积，单位为毫升(mL)；
 - V_1 ——分取试液体积，单位为毫升(mL)；
 - m ——称取试料的质量，单位为克(g)。
- 所得结果保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法获得：

表 1 重复性限

$w_{Al}/\%$	0.000 97	0.001 9	0.003 9
$r/\%$	0.000 18	0.000 3	0.000 4

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法获得：

表 2 再现性限

$w_{Al}/\%$	0.000 97	0.001 9	0.003 9
$R/\%$	0.000 20	0.000 4	0.000 5

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时，也可用控制标样替代)，每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

10 试验报告

——试样；

贮存于塑料瓶中。

3.17 百里酚蓝溶液(2 g/L):称取 0.20 g 百里酚蓝,溶于 50 mL 乙醇中,用水稀释至 100 mL。

3.18 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铝($\geq 99.95\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.6),低温加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝。

3.19 铝标准溶液:移取 5.00 mL 铝标准贮存溶液(3.18),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铝。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

样品粒度不大于 0.25 mm。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样 1.00 g,精确至 0.001 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(3.1),3 mL 硝酸(3.2),低温加热溶解并蒸干。加 3 mL 盐酸(3.1)蒸干,重复一次。

6.3.2 加入 20 mL 盐酸(3.6)用以清洗表皿及杯壁上的碲化合物,加热溶解盐类,加 30 mL~40 mL 水,加热至微沸,在不断搅拌下,加 30 mL 亚硫酸(3.5),微沸 5 min,取下,用少量水吹洗表皿及杯壁,加 2 mL 抗坏血酸溶液(3.9),搅匀,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

6.3.3 放置澄清后,移取 20.00 mL 上清溶液,置于 50 mL 容量瓶中。

6.3.4 滴加 1 滴百里酚蓝溶液(3.17),滴加氨水(3.8)和盐酸(3.7),使溶液由红色到橙红色(pH 值 2 左右),加 2 mL 邻菲罗啉溶液(3.10)、5 mL 铬天青 S-溴代十四烷基吡啶混合溶液(3.13)、5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(3.16),摇匀,放置 5 min,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min(从显色到测定结束,显色液应保持温度 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

6.3.5 倾出部分溶液于 1 cm 比色皿中,以水为参比,在分光光度计,于波长 610 nm 处,测其吸光度。

6.3.6 减去试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铝标准溶液(3.19),置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 6.3.4 操作。

6.4.2 倾出部分溶液于 1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量吸光度,以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

前 言

YS/T 227《碲化学分析方法》共有 12 部分。

——第 1 部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第 2 部分:铝量的测定 铬天青 S-溴代十四烷基吡啶胶束增溶分光光度法;

——第 3 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 4 部分:铁量的测定 邻菲罗啉分光光度法;

——第 5 部分:硒量的测定 2,3-二氨基萘分光光度法;

——第 6 部分:铜量的测定 固液分离-火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——第 8 部分:镁、钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 9 部分:碲量的测定 重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法;

——第 10 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第 11 部分:硅量的测定 正丁醇萃取硅钼蓝分光光度法;

——第 12 部分:铋、铝、铅、铁、硒、铜、镁、钠、砷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 2 部分。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 227.2—1994《碲中铝量的测定(铬天青 S-溴代十四烷基吡啶胶束增溶吸光光度法)》。与 YS/T 227.2—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——方法名称修改为“铬天青 S-溴代十四烷基吡啶胶束增溶分光光度法”;

——补充了精密度、质量保证和控制条款;

——补充了“试验报告”要求。

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:株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分起草单位:四川阿波罗太阳能科技有限公司。

本部分参加起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分主要起草人:余芳、严舸、李冬梅、刘丽敏、许利君。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 227.2—1994;

——GB/T 2138—1980。