

YS/T 74.1—2010

9 试验报告

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

YS/T 74.1—2010

ICS 77.120.70
H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.1—2010
代替 YS/T 74.1—1994

镉化学分析方法
第 1 部分：砷量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法

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



YS/T 74.1—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21437

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

为参比,测量砷标准溶液的荧光强度,减去“零”浓度溶液的荧光强度。以砷的浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

砷含量以砷的质量分数 w_{As} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{As} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-9}}{V_2 \cdot m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ ——从工作曲线上查得的试液砷浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果保留两位有效数字。

7 精密度

7.1 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)按以下表3数据采用线性内插法求得:

表3 重复性限

$w_{As}/\%$	0.000 20	0.000 53	0.001 2	0.002 0	0.004 0
$r/\%$	0.000 10	0.000 15	0.000 3	0.000 4	0.000 5

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表4数据采用线性内插法求得:

表4 再现性限

$w_{As}/\%$	0.000 20	0.000 53	0.001 2	0.002 0	0.004 0
$R/\%$	0.000 20	0.000 25	0.000 3	0.000 4	0.000 7

8 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
 行业标准
 镉化学分析方法
 第1部分:砷量的测定
 氢化物发生-原子荧光光谱法
 YS/T 74.1—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:155066·2-21437 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

- 检出限:不大于 1 ng/mL;
- 精密度:最高浓度标准溶液荧光强度及“零”浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数应分别不大于 5.0%和 1.0%;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比,应不小于 0.90。

氢化物发生-原子荧光光谱仪测定砷量参考工作条件见表 1。

表 1 仪器参考工作条件

灯电流/ mA	负高压/ V	原子化器高度/ mm	载气流量/ (mL/min)	屏蔽气流量/ (mL/min)	延迟时间/ s	读数时间/ s
50	300	8	400	1 000	0	15

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.6),低温溶解完全,蒸至小体积,取下冷却,将试液移入 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.4)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 2 分取试液至 100 mL 容量瓶中,补加 20 mL 盐酸(3.4)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

表 2 分取试液体积

砷的质量分数/%	分取试液体积/mL
0.000 20~0.002 0	20.00
>0.002 0~0.002 5	10.00

5.3.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸(3.5)为载流,硼氢化钾溶液(3.8)为还原剂,以砷空心阴极灯为激发光源,随同试料空白做参比,测量试样溶液砷的荧光值,从工作曲线上查出砷的浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液(3.10)分别于一组 100 mL 的容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.4)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

5.4.2 在与测定试料溶液相同的条件下,以盐酸(3.5)为载流,硼氢化钾溶液(3.8)为还原剂,试剂空白

前 言

YS/T 74—2010《锡化学分析方法》分为 11 个部分:

- 第 1 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 2 部分:锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 3 部分:镍量的测定 电热原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法;
- 第 6 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 8 部分:铊量的测定 结晶紫分光光度法;
- 第 9 部分:锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 10 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:砷、锑、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.1—1994《锡化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷量》,本部分与原标准相比,主要变化如下:

- 分析方法改为氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 测定下限由 0.000 5%下延为 0.000 20%;
- 增加了警告性提示;
- 增加了试验报告条款。

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:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、辽宁出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:李遵义、赵丹、刘丽敏、姜求韬、李雪、李岩、董秀文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 74.1—1994;
- GB 2133—1980。