

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

光谱仪参考工作条件如表 A.1:

表 A.1

元素	RF 功率/ W	泵速/ (转/min)	雾化压力/ psi	辅助气/ (L/min)	积分时间/ s	冲洗样品 时间/s	分析线/ nm
As	1 350	120	20	1.0	45	60	189.042
Hg	1 350	120	20	1.0	45	60	184.950
Pb	1 350	120	20	1.0	60	60	220.353

注: 1 psi=6.895 kPa。

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 667.2—2009

化学品氧化铝化学分析方法 第 2 部分 填料用氢氧化铝及 拟薄水铝石中砷、汞、铅含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体 发射光谱法

The testing methods for chemical alumina—
Part 2—Determining concentration of arsenic,
mercury and lead in aluminum hydroxide for filler
and pseudo boehmite by HG-ICP-AES



YS/T 667.2-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20335

定价: 14.00 元

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

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求得。

表 1

元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
砷	0.000 05	0.000 02
	0.000 46	0.000 07
	0.002 2	0.000 3
汞	0.000 01	0.000 005
	0.000 1	0.000 03
	0.001 0	0.000 2
	0.003 0	0.000 5
铅	0.000 6	0.000 2
	0.001 8	0.000 4
	0.003 8	0.000 8

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

元素	质量分数/%	允许差/%
砷	0.000 05~0.000 5	0.000 05
	>0.000 5~0.002 0	0.000 2
	>0.002 0~0.005 0	0.000 4
汞	0.000 01~0.000 1	0.000 02
	>0.000 1~0.001 0	0.000 1
	>0.001 0~0.002 0	0.000 3
	>0.002 0~0.005 0	0.000 6
铅	0.000 5~0.001 0	0.000 3
	>0.001 0~0.002 0	0.000 6
	>0.002 0~0.005 0	0.000 9

9 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业标准样品或内控标准样品,使用时至少每半年校核一次本方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行业标准
化学品氧化铝化学分析方法
第2部分 填料用氢氧化铝及
拟薄水铝石中砷、汞、铅含量的测定
氢化物发生-电感耦合等离子体
发射光谱法

YS/T 667.2—2009

*

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 8 千字

2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*

书号:155066·2-20335 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

3.11 高纯氩气(>99.999%)。

4 仪器

全谱直读等离子体发射光谱仪；氢化物发生器。

5 试样

试样于 105℃±5℃烘箱中烘 1 h。置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取二份试料，进行平行测定，取其平均值。

6.3 分析试液的制备

6.3.1 测定砷、汞元素时分析试液的制备：将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中，加 25 mL 盐酸(3.1)，低温加热至试料溶解完全(不易溶解的样品可采用微波消解处理：加入 10 mL 盐酸(3.1)在 240℃温度下微波消解 45 min)，冷却至室温后加入混合试液(3.7)2.5 mL。用二次去离子水冲入 50 mL 容量瓶中。混匀。静置 30 min 以上待用。

6.3.2 测定铅元素时分析试液的制备：将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸(3.1)，低温加热至试料溶解完全(不易溶解的样品可采用微波消解处理：加入 10 mL 盐酸(3.1)在 240℃温度下微波消解 45 min)，冷却至室温后加入 1.0 mL 氢氧化钠溶液(3.10)、2.0 mL 铁氰化钾溶液(3.8)。用二次去离子水冲入 50 mL 容量瓶中，混匀。静置 10 min 以上待用。

6.4 标准系列溶液的配制

6.4.1 砷、汞标准系列溶液的配制：于一组 100 mL 的容量瓶中分别加入 0 mL、0.5 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 砷、汞混合标液(3.5)，分别加入铝基体溶液(3.6)13 mL(填料用氢氧化铝产品系列)或 15 mL(拟薄水铝石产品系列)；分别加入 5 mL 混合溶液(3.7)，50 mL 盐酸溶液(3.1)，用二次去离子水稀释至刻度，混匀，静置 30 min 以上。

6.4.2 铅标准系列溶液的配制：于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、0.5 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 铅标液(3.4)；分别加入铝基体溶液(3.6)13 mL(填料用氢氧化铝产品系列)或 15 mL(拟薄水铝石产品系列)；分别加入 4.0 mL 铁氰化钾溶液(3.8)、4.0 mL 盐酸溶液(3.1)，用二次去离子水稀释至刻度，混匀。静置 10 min 以上。

6.5 测定

将分析试液(6.3.1)与标准系列溶液(6.4.1)、分析试液(6.3.2)与标准系列溶液(6.4.2)同时进行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的表述

将标准系列溶液(6.4)的含量直接输入计算机，根据标准系列溶液(6.4)和分析试液(6.3)的强度值，由计算机计算、校正并输出分析试液(6.3)中待测元素的浓度。

按式(1)计算待测元素的质量分数(%)：

$$w(\text{Me}) = \frac{C_{\text{Me}} \cdot V \cdot 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C_{Me} ——仪器计算的试样溶液中待测元素的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

前 言

YS/T 667《化学品氧化铝化学分析方法》共分为 4 部分：

——第 1 部分 填料用氢氧化铝及拟薄水铝石中镉、铬、钒含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第 2 部分 填料用氢氧化铝及拟薄水铝石中砷、汞、铅含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法；

——第 3 部分 4A 沸石中镉、铬、钒含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第 4 部分 4A 沸石中砷、汞含量的测定 氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为第 2 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国铝业股份有限公司山东分公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人：张新宇、都红涛、李林海。

本部分主要验证人：李跃平、赵贵芬。