

表 3 再现性限

$w_{Sn}/\%$	0.000 31	0.001 3	0.008 8	0.061 9	0.196	0.677
$R/\%$	0.000 15	0.000 5	0.001 6	0.005 4	0.044	0.060
注：再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。						

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过程的有效性。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;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 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。

中华人民共和国有色金属行业标准

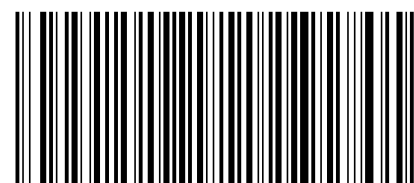
YS/T 276.2—2011
代替 YS/T 276.2—1994

铟化学分析方法

第 2 部分:锡量的测定

苯基荧光酮-溴代十六烷基三甲胺 分光光度法

Methods for chemical analysis of indium—
Part 2: Determination of tin content—
Phenylfluorone-cetyltrimethyl ammonium bromide spectrophotometry



YS/T 276.2-2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-23657

定价: 14.00 元

2011-12-20 发布

2012-07-01 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
钢化学分析方法
第2部分:锡量的测定
苯基荧光酮-溴代十六烷基三甲胺
分光光度法

YS/T 276.2—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷

*

书号:155066·2-23657 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)68510107

6.4.4 加入2 mL 酒石酸溶液(3.5),用水稀释至25 mL,滴加高锰酸钾溶液(3.6),至红色不褪,放置2 min,加入2 mL 抗坏血酸溶液(3.7),2 mL 溴代十六烷基三甲胺溶液(3.9)、3 mL 苯基荧光酮溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀,放置30 min。

6.4.5 将部分溶液移入1 cm 比色皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长510 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应锡的质量。

6.5 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液(3.11),置于一组50 mL 容量瓶中,各补加硫酸溶液(3.4)至6 mL,以下按6.4.4 进行。将部分溶液移入1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长510 nm 处,测量其吸光度。以锡的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算锡的质量分数 w_{Sn} ,数值以%表示:

$$w_{Sn} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——分取试料的体积,单位为毫升(mL);

V ——试料定容的体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——自工作曲线上查得的锡的质量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果大于或等于0.010 0 应保留三位有效数字,小于0.010 0 应保留两位有效数字。

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2 数据采用线性内插法获得。

表2 重复性限

$w_{Sn}/\%$	0.000 31	0.001 3	0.008 8	0.061 9	0.196	0.677
$r/\%$	0.000 14	0.000 3	0.001 0	0.004 8	0.031	0.046
注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。						

8.2 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3 数据采用线性内插法获得。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将样品加工成边长不大于 3 mm 的屑状。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

表 1 试料量、定容体积、分取体积、加入酒石酸量

锡(质量分数) $w/\%$	试料量 m/g	定容体积 V/mL	酒石酸溶液/mL	分取体积 V_1/mL
0.000 50~0.001 0	1.00	—	—	—
>0.001 0~0.002 0	0.50	—	—	—
>0.002 0~0.005 0	0.25	—	—	—
>0.005 0~0.015 0	0.10	—	—	—
>0.015 0~0.040 0	0.35	50	2.5	5.00
>0.040 0~0.120	0.25	100	5.0	5.00
>0.120~0.500	0.15	100	5.0	2.00

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 7.0 mL 硫酸溶液(3.4)[空白试验中加入 6.0 mL 硫酸溶液(3.4)]、1 mL 硝酸溶液(3.3),加热溶解,煮沸,驱除氮的氧化物,加入 2 mL~3 mL 盐酸(3.1),加热蒸发至刚冒三氧化硫白烟,并重复操作一次。

6.4.2 当锡的质量分数 0.000 50%~0.015 0%时,将溶液用水移入 50 mL 容量瓶中后,余下按 6.4.4 操作。

6.4.3 当锡的质量分数>0.015 0%~0.500%时,将溶液按表 1 用水移入相应容量瓶中,并加入相应量酒石酸溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。按表 1 分取相应体积溶液于 50 mL 容量瓶中,加 6 mL 硫酸溶液(3.4)。

前 言

YS/T 276《钢化学分析方法》共包括 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:锡量的测定 苯基荧光酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法;
- 第 3 部分:铊量的测定 甲基绿分光光度法;
- 第 4 部分:铝量的测定 铬天青 S 分光光度法;
- 第 5 部分:铁量的测定 方法 1:电热原子吸收光谱法
方法 2:火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:铜、镉、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:铋量的测定 方法 1:氢化物发生-原子荧光光谱法
方法 2:火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:钢量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 10 部分:铍、铝、铅、铁、铜、镉、锡、铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 11 部分:砷、铝、铅、铁、铜、镉、锡、铈、锌、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本部分为 YS/T 276 的第二部分。

本部分代替 YS/T 276.2—1994《钢化学分析方法 苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法测定锡量》,与 YS/T 276.2—1994 相比,主要有如下变动:

- 测定范围由 0.001 0%~0.025%扩展至 0.000 50%~0.500%;
- 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。

本标准负责起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位:湖南水口山有色金属集团有限公司、广西华锡集团股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂。

本部分起草人:黄晓刚、蔡军、任志满、栾玉芬、张丽萍、张修华、覃祚明、杨观新、曾光明、谭平生、曾军、王婷香、姚惠君。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 276.2—1994;
- GB/T 8221.2—1987。