

表 2 再现性限

%

铝的质量分数	0.000 2	0.001 0	0.002 0
R	0.000 15	0.000 5	0.001 0
注：再现性限(R)为 $2.83S_R$ ， S_R 为再现性标准偏差。			

8 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。

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

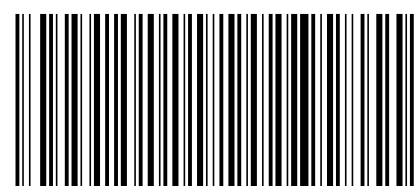
YS/T 226.3—2009
代替 YS/T 226.4—1994

硒化学分析方法

第 3 部分:铝量的测定

铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法

Methods for chemical analysis of selenium—
Part 3: Determination of aluminum content —
Chrome azurol S-cetyl trimethyl ammonium bromide
absorption photometric method



YS/T 226.3—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20501

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
湿化学分析方法
第3部分：铝量的测定
铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
YS/T 226.3—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 9 千字
2010年4月第一版 2010年4月第一次印刷
*
书号：155066·2-20501 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

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于250 mL烧杯中,加40 mL硝酸(3.2),加热溶解后,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取10.00 mL溶液(含铝1 μg~5 μg)置于50 mL石英烧杯中,加2 mL硫酸(3.4)、0.1 g硫酸钾(3.17),加热蒸干后,移入预先升温至300 °C~320 °C硒挥发炉中,放置半小时,取出冷却,加5 mL盐酸(3.5),微热使盐类溶解并蒸至体积约0.5 mL~1.0 mL,取下冷却,用水冲洗表面皿及杯壁,将溶液移入50 mL比色管中,加10 mL~15 mL水。

5.3.2 加1 mL抗坏血酸溶液(3.8)、1滴百里酚蓝溶液(3.16),用氨水(3.7)和盐酸(3.6)调节溶液由红色变橙红色(约pH2),加2 mL邻菲罗啉溶液(3.9)、4.00 mL CAS-CPB混合溶液(3.12)、5 mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液(3.15),摇匀,放置5 min,用水稀释至刻度,摇匀。溶液温度控制在15 °C~30 °C,放置5 min。

5.3.3 将溶液移入1 cm比色皿中,以水为参比,在分光光度计上,于波长600 nm处,测其吸光度。减去试剂空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的铝量。

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、5.00 mL、6.00 mL铝标准溶液(3.18.2),分别置于50 mL比色管中,加水10 mL~15 mL,以下按5.3.2进行。

5.4.2 移取试液(5.4.1)置于1 cm比色皿中,与测量试液相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去零浓度溶液的吸光度。以铝的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 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:

$$w_{Al} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试料的铝的质量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL)。

所得结果保留两位有效数字(结果小于0.001 0%时,保留一位有效数字)。

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)按表1数据采用线性内插法求得:

表1 重复性限 %

铝的质量分数	0.000 2	0.001 0	0.002 0
r	0.000 1	0.000 4	0.000 8
注:重复性限(r)为2.83 S_r , S_r 为重复性标准偏差。			

7.2 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)见表2:

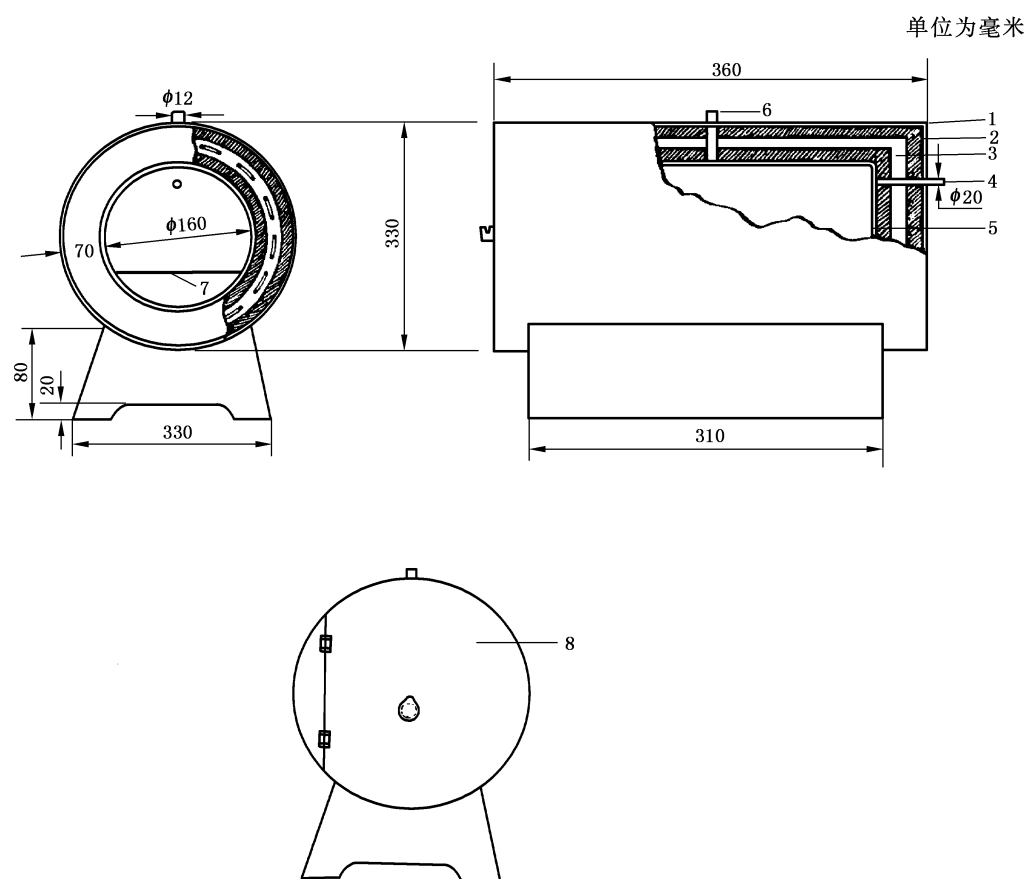
3.18.2 铝标准溶液:移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(3.18.1),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 铝。

4 仪器与装置

4.1 分光光度计。

4.2 硒挥发炉。

硒挥发炉示意图见图 1。



- 1—外壳;
2—保温层(石棉泥);
3—坩埚炉;
4—排气孔;
5—玻璃层(5 000 mL 烧杯);
6—热电偶孔;
7—不锈钢板(142 mm×260 mm×1 mm);
8—炉盖。

图 1 硒挥发炉

5 分析步骤

5.1 试料

称取 5 g(m_0)试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

前 言

YS/T 226《硒化学分析方法》共分为 13 个部分:

- 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:锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 3 部分:铝量的测定 铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分:汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法
- 第 5 部分:硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 6 部分:硫量的测定 对称二苯氨基脲分光光度法
- 第 7 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分:铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:硒量的测定 硫代硫酸钠容量法
- 第 13 部分:银、铝、砷、硼、汞、铋、铜、镉、铁、镓、铟、镁、镍、铅、硅、锑、锡、碲、钛、锌量的测定 电感耦合等离子体质谱法

本部分为 YS/T 226 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 226.4—1994《硒中铝量的测定 铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法》。与 YS/T 226.4—1994 相比,本部分主要有如下变化:

- 补充了质量保证和控制条款;
- 增加了重复性限,将允许差改为再现性限;
- 对文本格式进行了修改。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:金川集团有限公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:金川集团有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:刘英、刘红、高燕、石晶晶、张喆文、戴凤英、孙红英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 2113—1980;
- YS/T 226.4—1994。