

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

$w_{Si}/\%$	0.000 5	0.001 6	0.003 1
$r/\%$	0.000 2	0.000 4	0.000 5

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3数据采用线性内插法获得:

表3 再现性限

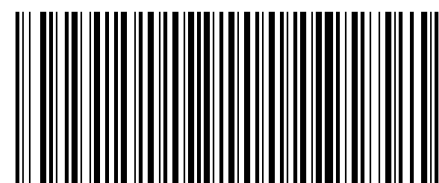
$w_{Si}/\%$	0.000 5	0.001 6	0.003 1
$R/\%$	0.000 4	0.000 5	0.000 6

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;
- 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 227.11-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21515

定价: 14.00 元

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 227.11—2010
代替 YS/T 227.11—1994

YS/T 227.11—2010

碲化学分析方法
第11部分:硅量的测定
正丁醇萃取硅钼蓝分光光度法Methods for chemical analysis of tellurium—
Part 11: Determination of silicon content—
N-butanol extraction molybdenum blue spectrophotometry

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

表 1 称取试样量

硅的质量分数/%	称样量/g
0.000 5~0.001 0	2.00
>0.001 0~0.002 0	1.00
>0.002 0~0.003 0	0.50

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 30 mL 聚四氟乙烯坩埚中,以水润湿,缓慢、分次加入 6.0 mL 盐酸(3.1), 2.0 mL 硝酸(3.2),将坩埚移入密闭溶样器中,低温加热溶解并蒸发至体积约 2 mL,取下冷却。
- 6.3.2 以水稀至 10 mL 左右,加入 0.2 mL 氢氟酸(3.8),摇匀,立即盖上防尘罩,放置 1 h。
- 6.3.3 加入 5 mL 硼酸饱和溶液(3.9),混匀,放置 15 min。
- 6.3.4 移入 50 mL 塑料容量瓶中,以氢氧化钠溶液(3.10)和硝酸(3.7)调至 pH 值 5.5~6.5,以水稀释至刻度,混匀,干过滤于塑料杯中。
- 6.3.5 移取 25.00 mL 滤液于 125 mL 分液漏斗中,以硝酸(3.7)调至 pH 值 1.0~1.5,加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.13),混匀,在 20 ℃~30 ℃下放置 20 min。
- 6.3.6 加 20 mL 硫酸(3.4),以水稀释至 60 mL,加入 20.00 mL 正丁醇(3.12),振荡 1 min,静置分层,弃去水相。
- 6.3.7 加入 10 mL 硫酸(3.5),振荡 30 s,静置分层,弃去水相,重复此操作 4 次。
- 6.3.8 加入 2.5 mL 混合还原剂(3.16),振荡 15 s,静置分层,弃去水相,加入 1 mL 无水乙醇(3.11),摇匀。
- 6.3.9 移取部分溶液于 1 cm 比色皿中,在分光光度计上于波长 700 nm 处,以随同试料的空白作参比,测其吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

6.4 工作曲线的绘制

- 6.4.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 硅标准溶液(3.18),分别置于一组 50 mL 塑料杯中,缓慢、分次加入 2.00 mL 盐酸(3.1),以下按分析步骤 6.3.2~6.3.8 操作。
- 6.4.2 移取部分溶液于 1 cm 比色皿中,在分光光度计上于波长 700 nm 处,以“零”浓度标准溶液作参比,测其吸光度。以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算硅的质量分数 w_{Si} ,数值以 % 表示:

$$w_{Si} = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——自工作曲线上查得的硅量,单位为微克(μg);

m_0 ——称取试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留两位有效数字。

中华人民共和国有色金属
行业标准
碲化学分析方法
第 11 部分:硅量的测定
正丁醇萃取硅钼蓝分光光度法
YS/T 227.11—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

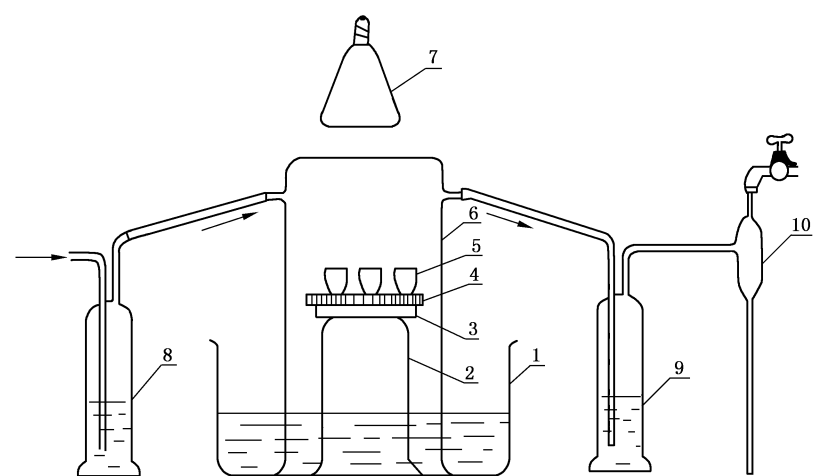
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷
*
书号: 155066·2-21515 定价 14.00 元

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

- 3.16 混合还原剂:移取 1 mL 二氯化锡溶液(3.14)与 25 mL 硫酸联胺溶液(3.15)混匀,用时现配。
- 3.17 硅标准贮存溶液:称取 0.213 9 g 二氧化硅($\geq 99.9\%$,预先于 1 000 °C 灼烧 1 h)于铂坩埚中,加 5 g 无水碳酸钠(优级纯),混匀,在 950 °C 熔融至清亮,保持 10 min,取下冷却后,用水洗净坩埚外壁,置于聚四氟乙烯杯中,加入 100 mL 热水浸出,低温加热至溶液澄清,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。
- 3.18 硅标准溶液:移取 12.50 mL 硅标准贮存溶液(3.17)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。贮存于塑料瓶中。

4 仪器

4.1 实验装置示意图:密闭溶样器(见图 1)。



- 1—玻璃缸($\phi 320$ mm);
 2—1 000 mL 烧杯;
 3—电炉;
 4—石墨板;
 5—聚四氟乙烯坩埚;
 6—5 000 mL 烧杯;
 7—红外灯;
 8,9—洗气瓶;
 10—自来水泵。

图 1 密闭溶样器示意图

4.2 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

按表 1 称取试样,精确至 0.001 g。

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 11 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 227.11—1994《碲中硅量的测定(正丁醇萃取硅钼蓝吸光光度法)》。与 YS/T 227.11—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 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:水口山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、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:曾光明、谭谦、周爱青、高颖剑、戴凤英、林海山。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 227.11—1994;
- GB/T 2147—1980。