

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2数据采用线性内插法获得:

表2 再现性限

$w_{As} / \times 10^{-4} \%$	0.1	0.5	1.0
$R / \times 10^{-4} \%$	0.1	0.3	0.4

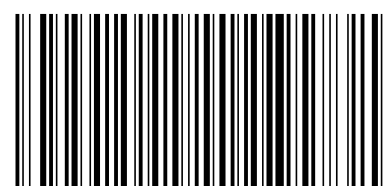
9 质量保证和控制

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 36.1—2011
代替 YS/T 36.1—1992高纯锡化学分析方法
第1部分:砷量的测定
砷斑法Methods for chemical analysis of high-purity Tin—
Part 1: Determination of arsenic content—
Arsenic stain method

YS/T 36.1—2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-23860

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
高纯锡化学分析方法
第 1 部分:砷量的测定
砷斑法

YS/T 36.1—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 8 月第一版 2012 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-23860 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

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.5),5 mL 硝酸(3.3),盖上表面皿,在电炉上低温加热,溶解后加入 3 mL 硫酸(3.6)蒸干至白烟逸尽,取下冷却。加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解盐类。

6.4.2 将试液移入熏砷瓶中,加入 1 mL 碘化钾溶液(3.7),混匀。加入 1 mL 氯化锡溶液(3.8),摇匀,放置 10 min。用水稀释至 30 mL,混匀。

6.4.3 加入 5 g 无砷锌粒(3.1),迅速盖上预先装有醋酸铅棉花(3.9)和溴化汞纸片(3.10)的瓶塞,在室温下放置 50 min(每隔 10 min 摇动一次)。

6.4.4 取下纸片与标准色阶比较。

6.5 标准色阶的制备

分别移取 0.00 mL、0.10 mL、0.30 mL、0.50 mL、1.00 mL 砷标准液(3.12)于 5 个熏砷瓶内,加入 10 mL 盐酸(3.5),混匀。以下操作同 6.4.2~6.4.3。所得一系列不同深浅颜色的溴化汞纸片作为标准色阶。

7 分析结果的计算

按式(1)计算砷的质量分数 w_{As} ,数值以 % 表示:

$$w_{As} = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自标准色阶上查得的试样砷量,单位为微克(μg);

m_2 ——自标准色阶上查得的空白砷量,单位为微克(μg);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

所得结果保留一位有效数字。

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 1 数据采用线性内插法获得:

表 1 重复性限

$w_{As}/\times 10^{-4}\%$	0.1	0.5	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.1	0.2	0.3

前 言

YS/T 36《高纯锡化学分析方法》共包括 3 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 砷斑法；
- 第 2 部分：铋量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 3 部分：镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 36 的第 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 36.1—1992《高纯锡化学分析方法 DDTC-Ag 分光光度法测定砷量》，与 YS/T 36.1—1992 相比，主要有如下变化：

- 测定方法由分光光度法改为砷斑法；
- 测定范围由 0.000 05%~0.000 30% 修改为 0.000 01%~0.000 10%；
- 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)提出并归口。

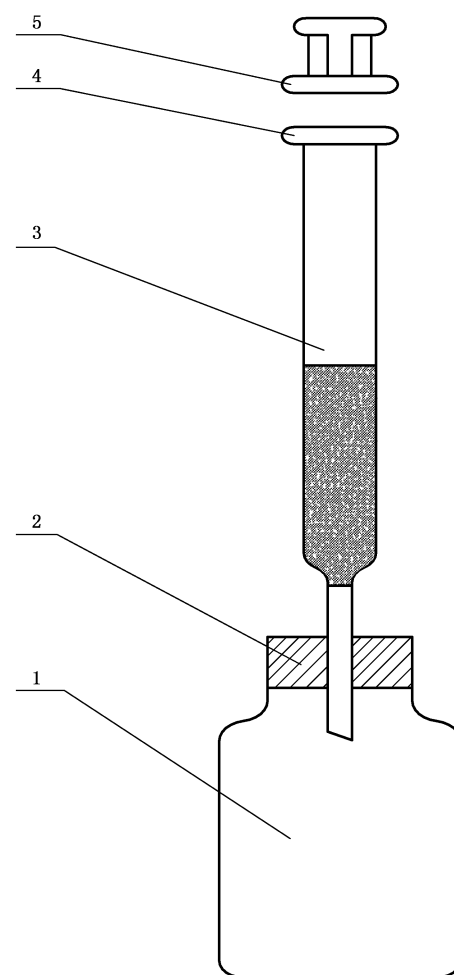
本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：广西华锡集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草人：金智宏、何宗蒲、朱小峰、黄小美、林信钊、黄旭、姜求韬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 36.1—1992。



- 1——广口瓶或锥形瓶；
- 2——胶塞或磨口塞；
- 3——玻璃管；
- 4——玻璃管上端管口；
- 5——玻璃帽。

注 1：玻璃管的上端管口表面磨平，下面有耳钩，供固定玻璃帽用；

注 2：玻璃帽下面磨平，中央有孔与玻璃管相通，上面有弯月形凹槽，供固定玻璃帽用。

图 1 熏砷瓶示意图

5 试样

将所选取的试样熔化后，用石英棒搅成细粒。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样 1.000 g。