

附录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件

表 A.1 仪器参考工作条件

波长/nm	灯电流/mA	燃烧器高度/mm	单色器通带宽度/nm	空气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)
328.1	2.0	6.0	0.4	6.5	1.0

中华人民共和国有色金属行业标准

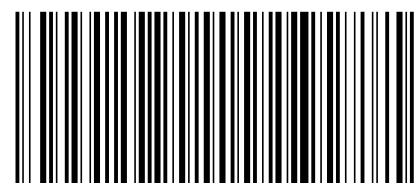
YS/T 74.10—2010
代替 YS/T 74.10—1994

镉化学分析方法

第 10 部分：银量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 10: Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrometry



YS/T 74.10-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21446

定价: 14.00 元

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

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果保留两位有效数字。

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)按以下表2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限

$w_{Ag}/\%$	0.000 20	0.000 57	0.001 1	0.003 2	0.004 9
$r/\%$	0.000 03	0.000 04	0.000 2	0.000 3	0.000 4

7.2 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值不大于再现性限(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求得:

表3 再现性限

$w_{Ag}/\%$	0.000 20	0.000 57	0.001 1	0.003 2	0.004 9
$R/\%$	0.000 05	0.000 08	0.000 3	0.000 4	0.000 8

8 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

9 试验报告

- 试样;
- 使用的标准;
- 使用的方法;
- 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
镉化学分析方法
第10部分:银量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 74.10—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 9 千字

2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号:155066·2-21446 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

标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.9。

仪器参考工作条件见附录 A。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量和加入硝酸量

银的质量分数/%	试料/g	加入硝酸(3.2)/mL
0.000 20~0.001 0	5.000 0	40
>0.001 0~0.003 0	2.000 0	30
>0.003 0~0.005 0	1.000 0	200

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 400 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(3.2),盖上表皿,待剧烈反应后,加热至试料溶解完全,低温驱除氮的氧化物,稍冷,以水洗涤表皿及杯壁,微热使盐类溶解完全,冷却至室温。

5.3.2 将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.1nm 处,以水调零,与系列标准溶液平行测量试液的吸光度,从工作曲线上查出相应的银的浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 分别移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 银标准溶液(3.5),置于一组 100 mL 容量瓶中,加入适量的镉基体溶液(3.3),使之与试料溶液中的镉浓度相同。加入 10 mL 硝酸(3.2)用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与测量试液相同的条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中零浓度溶液的吸光度,以吸光度为纵坐标,银浓度为横坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算银含量,以质量分数 w_{Ag} 计,数值以 % 表示:

$$w_{Ag} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试液中银的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_1 ——自工作曲线上查得试液中银的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 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:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 3 部分:镍量的测定 电热原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法;
- 第 6 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 8 部分:铊量的测定 结晶紫分光光度法;
- 第 9 部分:锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 10 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 10 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 74.10—1994《镉化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量》,本部分与原标准相比,主要变化如下:

- 对文本格式进行了修改;
- 补充了精密度、质量保证和控制条款;
- 增加了警告性提示;
- 增加了试验报告条款。

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:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位:深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分参加起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、北京矿冶研究总院、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分主要起草人:卓毓瑞、邓志辉、张毅、向德磊、刘丽敏、奚红杰、阴东霞、陈殿秋、王皓莹、任小东。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 74.10—1994;
- GB/T 3826—1983。