

表 3

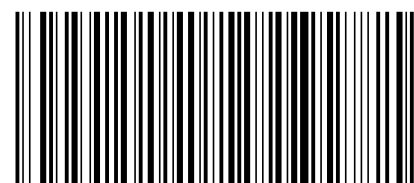
$w_{As}/\%$	0.012	0.029	0.079	0.22
$R/\%$	0.003	0.005	0.008	0.03
注：砷的质量分数为 0.010% 时的再现性限按 0.003% 计算，砷的质量分数为 0.25% 时的再现性限按 0.03% 计算。				

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。

三硫化二锑化学分析方法 第 5 部分:砷量的测定 砷钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—
Part 5: Determination of arsenic content—
Arsenic molybdenum blue spectrophotometric method



YS/T 239.5-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21495

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

6.4.8 加入 1 滴酚酞指示剂(3.12),滴加氢氧化钠溶液(3.7)中和至红色,再滴加硫酸(3.4)至红色刚刚褪去,加入碘溶液(3.9)至溶液呈黄色并过量 2 滴,混匀。静置 3 min。

6.4.9 滴加入亚硫酸(3.6)使黄色褪去,加入 2.0 mL 钼酸铵溶液(3.10),混匀。加入 2.0 mL 硫酸胂溶液(3.11),混匀。于沸水浴中加热 7 min,取出,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.10 移取部分试液于 3 cm 比色皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 砷标准溶液,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 水,混匀。以下按 6.4.7~6.4.8 进行。

6.5.2 将部分试液于 3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算砷的质量分数 w_{As} ,数值以%表示:

$$w_{As} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的砷量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位有效数字。

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求得:

表 2

$w_{As}/\%$	0.012	0.029	0.079	0.22
$r/\%$	0.002	0.004	0.007	0.02
注:砷的质量分数为 0.010% 时的重复性限按 0.002% 计算,砷的质量分数为 0.25% 时的重复性限按 0.02% 计算。				

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求得:

中华人民共和国有色金属
行业标准
三硫化二锑化学分析方法
第 5 部分:砷量的测定
砷钼蓝分光光度法
YS/T 239.5—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 8 千字

2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷

*

书号:155066·2-21495 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

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 试样粒度应小于 0.100 mm。

5.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

砷的质量分数/%	试料量/g	分取试液体积/mL
0.010~0.020	0.30	全量
>0.020~0.050	0.20	全量
>0.050~0.10	0.10	全量
>0.10~0.25	0.20	5.00

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

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 150 mL 锥形烧杯中,以少量水润湿,加入 5 mL 硫酸(3.1),置于电炉上加热,在溶液近沸的温度下溶解试样至清亮,并保持 20 min,取下冷却,加入 3 mL 水,冷却至室温。

6.4.2 取全量的试液:加 20 mL 盐酸(3.2)摇动溶解至清亮,移入 125 mL 分液漏斗中,用 20 mL 盐酸(3.2)分次洗涤锥形烧杯,溶液并入分液漏斗中。

6.4.3 需分取的试液:加入 20 mL 盐酸(3.2)摇动溶解至清亮,移入 50 mL 容量瓶中,用 10 mL 盐酸(3.2)分次洗涤锥形烧杯,溶液并入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,按表 1 分取试液于 125 mL 分液漏斗中,用盐酸(3.2)稀释至约 30 mL。

6.4.4 加入 30 mL 苯(3.3)于分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层。

6.4.5 将水相移入预先加有 15 mL 苯(3.3)的分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层,弃去水相。

6.4.6 将有机相合并于第一个分液漏斗中,用 5 mL 盐酸(3.2)淋洗,振荡 30 s,静置分层,弃去水相。再用 5 mL 盐酸(3.2)淋洗,静置分层,尽可能将水相分离干净。

6.4.7 加入 20 mL 水反萃取,振荡 1 min,静置分层,将水相移入 50 mL 容量瓶中,于有机相中再加入 15 mL 水,振荡 30 s,静置分层,将水相合并于容量瓶中。

前 言

YS/T 239《三硫化二锑化学分析方法》共有 7 个部分:

——第 1 部分:锑量的测定 硫酸铈滴定法;

——第 2 部分:化合硫量的测定 燃烧中和滴定法;

——第 3 部分:游离硫量的测定 燃烧中和滴定法;

——第 4 部分:王水不溶物的测定 重量法;

——第 5 部分:砷量的测定 砷钼蓝分光光度法;

——第 6 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;

——第 7 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 5 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分为新增部分。

本标准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:锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分起草单位:锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、山东阳谷祥光铜业股份有限公司、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人:吴东华、宋应球、赵再英、张威、王建玲、叶芳芳。