

铟化学分析方法 第 10 部分：铋、铝、铅、铁、铜、 镉、锡、铊量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of indium—
Part 10: Determination of bismuth, aluminium, lead, iron, copper,
cadmium, tin and thallium content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

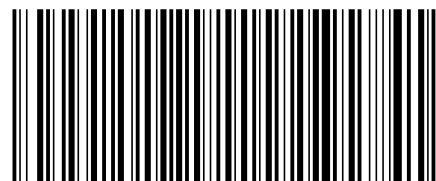
中华人民共和国有色金属
行业标准
铟化学分析方法
第 10 部分：铋、铝、铅、铁、铜、
镉、锡、铊量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 276.10—2011

*
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 0.75 字数 12 千字
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23638 定价 16.00 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



YS/T 276.10-2011

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

9 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；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-

前 言

YS/T 276《钢化学分析方法》共包括 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：锡量的测定 苯基荧光酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法；
- 第 3 部分：铊量的测定 甲基绿分光光度法；
- 第 4 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 5 部分：铁量的测定 方法 1：电热原子吸收光谱法
方法 2：火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜、镉、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铋量的测定 方法 1：氢化物发生-原子荧光光谱法
方法 2：火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：铟量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 10 部分：铍、铝、铅、铁、铜、镉、锡、铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 11 部分：砷、铝、铅、铁、铜、镉、锡、铈、铊、铟量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本部分为 YS/T 276 的第 10 部分。

本部分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：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：辽宁出入境检验检疫局、湖南水口山有色金属集团有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分起草人：刘嫣、向德磊、刘传仕、李岩、董秀文、潘洪霞、曾光明、谭平生、曾军、孔建敏、赵敏。

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(3.3),于电热板上低温加热,滴加几滴硝酸(3.2),至试样完全分解,赶尽氮的氧化物,取下冷至室温后移入100 mL容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 于电感耦合等离子体发射光谱仪上,在仪器运行稳定后,在选定的仪器工作条件下,用配制好的系列标准工作溶液(3.16)进行标准化或校准标准工作曲线,各元素工作曲线相关系数应在0.999以上,否则需重新进行标准化或重新配制系列标准溶液进行标准化。

6.4.3 测试分析试液(6.4.1)及空白试液。仪器根据标准工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出各元素含量。

6.5 分析结果的计算与表述

按式(1)计算铝、铋、镉、铜、铁、铅、锡、铊的质量分数 w_x ,数值以%表示:

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

式中:

x —— 被测元素(铝、铋、镉、铜、铁、铅、锡、铊);

ρ —— 测得铝、铋、镉、铜、铁、铅、锡、铊的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 —— 空白溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V —— 被测定试液的总体积,单位为毫升(mL);

m —— 试料的质量,单位为克(g)。

分析结果大于等于0.010 0应保留三位有效数字,小于0.010 0应保留两位有效数字。

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)按表5数据采用线性内插法求得。

表5 重复性限

$w_{\text{Al}}/\%$	0.000 50	0.001 1				
$r/\%$	0.000 09	0.000 2				
$w_{\text{Bi}}/\%$	0.000 21	0.000 72	0.001 2	0.002 3	0.183	2.55
$r/\%$	0.000 11	0.000 15	0.000 2	0.000 4	0.017	0.10
$w_{\text{Cd}}/\%$	0.000 31	0.000 64	0.001 1	0.017 3	0.094 0	0.361
$r/\%$	0.000 09	0.000 12	0.000 2	0.001 3	0.006 2	0.019
$w_{\text{Cu}}/\%$	0.000 18	0.000 69	0.001 2	0.002 2	0.014 8	0.156
$r/\%$	0.000 05	0.000 06	0.000 2	0.000 7	0.001 2	0.016
$w_{\text{Fe}}/\%$	0.000 52	0.001 1	0.152			
$r/\%$	0.000 10	0.000 2	0.010			

钢化学分析方法 第10部分:铋、铝、铅、铁、铜、 镉、锡、铊量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 276的本部分规定了钢中铝、铋、镉、铜、铁、铅、锡、铊量的电感耦合等离子体发射光谱的测定方法。

本部分适用于钢中铝、铋、镉、铜、铁、铅、锡、铊等多元素同时测定,也适用于其中一个元素或任意几个元素的组合的测定。

测定范围为各元素质量分数,见表1。

表1 各元素质量分数

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
Al	0.000 30~0.002 0	Fe	0.000 30~0.200
Bi	0.000 30~2.00	Pb	0.000 30~0.200
Cd	0.000 30~0.200	Sn	0.000 50~0.200
Cu	0.000 30~0.200	Tl	0.000 30~0.100

2 方法原理

试料以盐酸溶解,在盐酸介质中,采用基体匹配法,在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于各元素所对应的波长处测量发射强度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和去离子水。

3.1 高纯钢($w \geq 99.999\%$)。

3.2 硝酸($\rho = 1.43 \text{ g/mL}$)。

3.3 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.4 高纯氩气:Ar $\geq 99.99\%$ 。

3.5 铝标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属铝($w \geq 99.99\%$),置于300 mL烧杯中,缓慢加入20 mL盐酸溶液(1+1),低温加热至完全溶解,补加20 mL盐酸溶液(1+1),冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含1 mg铝。