

碲化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tellurium—
Part 12: Determination of bismuth, aluminum, lead, iron, selenium,
copper, magnesium, sodium, arsenic content—Inductively coupled plasma-atomic
emission spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
碲化学分析方法 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
YS/T 227.12—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 11 千字
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23673 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 227.12-2011

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

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 12 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、水口山有色金属集团有限公司、江西铜业集团公司、四川阿波罗太阳能科技有限公司。

本部分主要起草人：钟勇、向德磊、姜晴、于力、刘春峰、谭平生、曾光明、郭自娥、严舸。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 按照配制好的工作标准溶液(3.19),分别按空白、Std1、Std2、Std3、Std4、Std5 顺序,于电感耦合等离子体发射光谱仪上,调整仪器至选定的仪器工作条件下,测定标准溶液中各元素的光谱强度;

6.4.2 查看电感耦合等离子体发射光谱仪自动绘制标准溶液曲线,若工作曲线线性不能满足 $r \geq 0.999$ 时,则进行标准曲线重复测定。

6.5 测定

6.5.1 将试料(6.1),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸(3.4),低温加热使样品溶解完全,继续加热赶尽氮的氧化物,取下冷却,定容于 100 mL 容量瓶中。在选定的仪器参数条件下,于电感耦合等离子体发射光谱仪上,测定待测溶液中各元素的光谱强度。

6.5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪按照结果输出设定的要求自动计算所测各元素的质量分数 w_{Me} ,数值以%表示。所得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)按表 6 数据采用线性内插法获得。

表 6 重复性限

$w_{Bi}/\%$	0.000 5	0.004 9
$r/\%$	0.000 1	0.000 6
$w_{Al}/\%$	0.000 5	0.005 0
$r/\%$	0.000 2	0.000 6
$w_{Pb}/\%$	0.000 66	0.010 1
$r/\%$	0.000 15	0.000 9
$w_{Fe}/\%$	0.001 0	0.010 4
$r/\%$	0.000 2	0.000 9
$w_{Se}/\%$	0.000 54	0.059
$r/\%$	0.000 15	0.005
$w_{Cu}/\%$	0.000 6	0.005 1
$r/\%$	0.000 1	0.000 5
$w_{Na}/\%$	0.001 5	0.005 6
$r/\%$	0.000 3	0.000 5
$w_{Mg}/\%$	0.000 52	0.005 0
$r/\%$	0.000 15	0.000 5
$w_{As}/\%$	0.000 49	0.005 0
$r/\%$	0.000 15	0.000 5

碲化学分析方法 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

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

本部分规定了碲中铋、铝、铅、铁、硒、铜、镁、钠、砷元素的电感耦合等离子体原子发射光谱的测定方法。

本部分适用于碲中铋、铝、铅、铁、硒、铜、镁、钠、砷元素含量的多元素同时测定,也适用于其中一个元素或任意几个元素的组合的测定。测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元 素	测定范围/%
Bi、Al、Cu、Mg、Na、As	0.000 5~0.005
Pb、Fe	0.000 5~0.010
Se	0.000 5~0.060

2 方法原理

试料以酸溶解,在酸性介质中,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,根据工作曲线计算各待测元素的质量分数。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水。

3.1 高纯碲($\geq 99.999\%$)

3.2 硝酸($\rho 1.43 \text{ g/mL}$),优级纯。

3.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$),优级纯。

3.4 混合酸:1份硝酸、3份盐酸混合。

3.5 铋标准储备溶液:称取 1.000 0 g 金属铋($\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,低温加热溶解完全,加入 90 mL 硝酸,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.6 铝标准储备溶液:称取 1.000 0 g 金属铝($\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热溶解完全,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。