

铟化学分析方法 第 11 部分：砷、铝、铅、铁、 铜、镉、锡、铊、锌、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of indium—
Part 11: Determination of arsenic, aluminium, lead, iron, copper,
cadmium, tin, thallium, zinc and bismuth content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
铟化学分析方法
第 11 部分：砷、铝、铅、铁、
铜、镉、锡、铊、锌、铋量的测定
电感耦合等离子体质谱法
YS/T 276.11—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 13 千字
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23637 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 276.11—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

- 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：铈量的测定 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：铋、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、锌、铋量的测定 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 11 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：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、长沙矿冶研究院、北京有色金属研究总院。

本部分起草人：冯先进、姜求韬、阮桂色、高颖剑、金智宏、何宗蒲、周益、陈述、杨林、高静、陈彩霞。

$$w_x = \frac{\rho_x \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- x ——被测元素(铝、铁、铜、锌、砷、镉、锡、铊、铅、铋);
 - ρ_x ——测得铝、铁、铜、锌、砷、镉、锡、铊、铅、铋的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
 - V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
 - V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
 - m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。
- 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5数据采用线性内插法求得。

表5 重复性限

$w_{Al}/\%$	0.000 11	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 04	0.000 2	0.000 7
$w_{Fe}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 04	0.000 3	0.000 6
$w_{Cu}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 04	0.000 3	0.000 5
$w_{Zn}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 04	0.000 2	0.000 5
$w_{As}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 05	0.000 2	0.000 5
$w_{Cd}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 04	0.000 2	0.000 5
$w_{Sn}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 03	0.000 2	0.000 5
$w_{Tl}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 1
$r/\%$	0.000 04	0.000 2	0.000 5
$w_{Pb}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 03	0.000 2	0.000 6
$w_{Bi}/\%$	0.000 10	0.001 0	0.005 0
$r/\%$	0.000 03	0.000 3	0.000 4

注:重复性(r)为2.8 S_r , S_r 为重复性标准差。

钢化学分析方法 第11部分:砷、铝、铅、铁、 铜、镉、锡、铊、锌、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

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砷、铝、铜、镉、铁、铅、铊、锡、锌、铋含量的测定方法。本部分适用于钢中砷、铝、铜、镉、铁、铅、铊、锡、锌、铋含量的测定,测定范围为0.000 10%~0.005 0%。

2 方法原理

试料以硝酸溶解,在稀酸介质中,用ICP-MS标准加入校正和采用加入铟、铊、铋混合内标的方法测定钢中砷、铝、铜、镉、铁、铅、铊、锡、锌、铋元素含量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。实验所用器皿均用硝酸溶液(1+19)充分浸泡后用水彻底清洗。

- 3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),MOS级。
- 3.2 硝酸溶液(1+1)。
- 3.3 硝酸溶液(1+9)。
- 3.4 盐酸($\rho=1.19$ g/mL),MOS级
- 3.5 盐酸溶液(1+1)。
- 3.6 盐酸溶液(1+4)。
- 3.7 纯水(电阻率 >18 M $\Omega \cdot$ cm)
- 3.8 铝标准贮存溶液:称取1.000 0 g铝[$w \geq 99.99\%$],置于300 mL烧杯中,加20 mL盐酸(3.4),滴加1 mL~2 mL硝酸(3.1),低温溶解,移入1 000 mL容量瓶中,加入80 mL盐酸(3.4)用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg铝。
- 3.9 铁标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属铁丝[$w \geq 99.99\%$],置于150 mL烧杯中,加入150 mL硝酸溶液(3.3),加热溶解,冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg铁。
- 3.10 铜标准贮存溶液:称取1.000 0 g铜[$w \geq 99.99\%$],置于300 mL烧杯中,加10 mL硝酸溶液(3.3),低温溶解,加热除去氮的氧化物,取下冷却,移入1 000 mL容量瓶中,加入100 mL硝酸溶液(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg铜。
- 3.11 锌标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属锌[$w \geq 99.99\%$],置于150 mL烧杯中,加入50 mL硝酸