

YS/T 281.1—2011

9 试验报告

- 试样；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 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。

YS/T 281.1—2011

ICS 77.120.70  
H 13

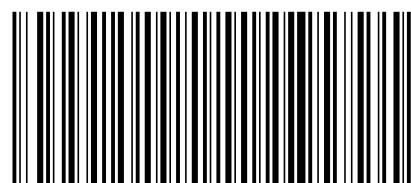
YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 281.1—2011  
代替 YS/T 281.1—1994

钴化学分析方法 第1部分:铁量的测定  
磺基水杨酸分光光度法

Methods for chemical analysis of cobalt—Part 1: Determination of iron content  
—Sulfosalicylic acid spectrophotometry



YS/T 281.1—2011

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-23863

定价: 14.00 元

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

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
钴化学分析方法 第1部分:铁量的测定  
磺基水杨酸分光光度法  
YS/T 281.1—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 0.5 字数 9 千字  
2012年8月第一版 2012年8月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-23863 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)68510107

## 6 分析结果的计算

按下式计算铁的质量分数,结果以%表示:

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

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——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2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限

$w_{\text{Fe}}/\%$	0.000 82	0.006 0	0.020	0.10	0.30	0.64
$r/\%$	0.000 20	0.000 7	0.002	0.01	0.02	0.05

### 7.2 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:

表3 再现性限

$w_{\text{Fe}}/\%$	0.000 82	0.006 0	0.020	0.10	0.30	0.64
$R/\%$	0.000 25	0.000 9	0.003	0.02	0.03	0.06

## 8 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过程的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样处理

将试样置于 250 mL 烧杯中,加入盐酸(3.7)浸没试样,加热煮沸 10 min,取下,弃去洗液,用水洗涤至溶液无色,弃去水层后再用无水乙醇洗涤两次,低温烘干后冷至室温备用。

### 5.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

表 1 试料量和测定时的分取

铁含量( $w_{Fe}$ )/%	试料质量( $m_0$ )/g	试液总体积( $V_0$ )/mL	分取试液体积( $V_1$ )/mL
0.000 80~0.00 20	2.00	—	全量
>0.002 0~0.010	1.00	—	全量
>0.010~0.050	1.00	100	20.00
>0.050~0.30	0.50	200	15.00
>0.30~0.70	0.50	200	5.00

### 5.4 测定

5.4.1 将试料(5.2)置于 250 mL 烧杯中,缓慢加入 15 mL 硝酸(3.8),盖上表皿,低温加热使试料完全溶解,并蒸发至粘稠状,加入 20 mL 水,微热使盐类溶解。

5.4.2 将溶液移入 125 mL 分液漏斗中(体积为 20 mL),用 30 mL 盐酸(3.1)分数次洗涤烧杯,洗液合并于分液漏斗中。

5.4.3 对铁量大于 0.010% 的试料,按表 1 稀释分取试液,置于 125 mL 分液漏斗中,加水至体积为 20 mL,加入 30 mL 盐酸(3.1)。

5.4.4 向分液漏斗中加入 15 mL 混合萃取剂(3.10),振荡 30 s,静置分层后,将水相放入另一分液漏斗中,水相再加 15 mL 混合萃取剂(3.10)重复萃取一次,弃去水相,合并有机相。加入 15 mL 盐酸(3.7)振荡洗涤 15 s,静置分层后,弃去水相,重复洗涤一次。

5.4.5 向有机相中加入 20 mL 水,振荡 30 s,静置分层后,水相放入 50 mL 容量瓶中,再向有机相中加入 15 mL 水,振荡 30 s,静置分层后,水相合并于容量瓶中。

5.4.6 向容量瓶中加入 5 mL 磺基水杨酸溶液(3.9),用氢氧化铵(3.4)中和至溶液呈黄色并过量 2 mL,用水稀释至刻度,混匀。在流水中冷却至溶液清亮。将部分溶液移入 3 cm 比色皿中。

5.4.7 以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

### 5.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL、6.00 mL 铁标准溶液(3.12),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 5.4.6 的规定进行。以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 前 言

YS/T 281《钴化学分析方法》共分为如下 20 个部分:

- 第 1 部分:铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 2 部分:铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- 第 3 部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 4 部分:砷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 5 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 6 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分:铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 13 部分:硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 14 部分:碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 15 部分:砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 16 部分:砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法
- 第 17 部分:铝、锰、镍、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- 第 18 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分:钙、镁、锰、铁、镉、锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 20 部分:氧量的测定 脉冲-红外吸收法

本部分为 YS/T 281 的第 1 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 281.1—1994《钴化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量》。与 YS/T 281.1—1994 相比,本部分主要有如下变化:

- 对文本格式进行了修改;
- 补充了质量保证和控制条款,增加了重复性限和再现性限;
- 补充了对试验报告的要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本标准负责起草单位:金川集团有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位:金川集团有限公司。

本部分参加起草单位:北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院、英德佳纳金属科技有限公司。

本部分主要起草人:张发志、吕庆成、董丽萍、潘梅荣、佟玲、张卓、冯先进、阮桂色、吴迟春、骆月英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 281.1—1994。