

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

$w_x/\%$	0.000 20	0.000 5	0.001 5
As($R/\%$)	0.000 14	0.000 2	0.000 4
Sn($R/\%$)	0.000 15	0.000 2	0.000 4
Sb($R/\%$)	0.000 18	0.000 2	0.000 5
Pb($R/\%$)	0.000 12	0.000 2	0.000 4
Bi($R/\%$)	0.000 15	0.000 2	0.000 4

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。

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。

中华人民共和国有色金属行业标准

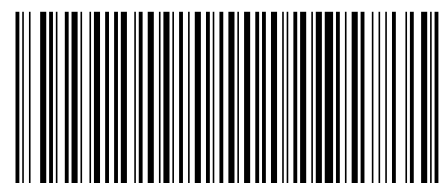
YS/T 281.12—2011
代替 YS/T 281.12—1994

钴化学分析方法

第12部分:砷、锑、铋、锡、铅量的测定

电热原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 12: Determination of arsenic, antimony, bismuth, tin and lead content—
Electrothermal atomic absorption spectrometry



YS/T 281.12—2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-23874

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

表 1 测定波长

元素	As	Sb	Bi	Sn	Pb
波长/nm	193.7	217.6	223.1	286.3	283.3

5.6.2 调整需要的仪器参数至最佳状态,并按所选条件(5.5)调整电热原子化器。

5.6.3 用预定的加热程序空烧石墨管两次。

5.6.4 将预定体积的试液(5.3)注入原子化器中,按原子化程序原子化并记录待测元素的吸光度。

每份试液测定两次,取其平均值以平均吸光度减去试料空白的平均吸光度,从工作曲线上查出相应的砷、锑、铋、锡和铅的质量浓度。

注 1: 必须使用背景补偿。

注 2: 推荐使用热解涂层石墨管加石墨平台测定。

5.7 工作曲线的绘制

与试液同时测定标准溶液(5.4)的吸光度。计算每个标准溶液的平均吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)。以标准溶液的浓度为横坐标,平均吸光度为纵坐标分别绘制砷、锑、铋、锡和铅的工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算砷、锑、铋、锡、铅的质量分数,结果以%表示:

$$w_x = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-9}}{m_0} \times 100\%$$

式中:

- x —— 被测元素(砷、锑、铋、锡、铅);
- ρ —— 测得砷、锑、铋、锡、铅的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V —— 试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 —— 试料的质量,单位为克(g)。

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

$w_x/\%$	0.000 20	0.000 5	0.001 5
As($r/\%$)	0.000 11	0.000 2	0.000 3
Sn($r/\%$)	0.000 09	0.000 2	0.000 3
Sb($r/\%$)	0.000 11	0.000 2	0.000 4
Pb($r/\%$)	0.000 07	0.000 2	0.000 3
Bi($r/\%$)	0.000 07	0.000 2	0.000 3

中华人民共和国有色金属
行业标准
钴化学分析方法
第 12 部分:砷、锑、铋、锡、铅量的测定
电热原子吸收光谱法
YS/T 281.12—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 0.5 字数 10 千字
2012 年 8 月第一版 2012 年 8 月第一次印刷

书号: 155066·2-23874 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

3.9 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡($w_{\text{Sn}} > 99.95\%$)置于 100 mL 塑料烧杯中,加入 1 mL 水、1 mL 硝酸(3.2),1 mL 氢氟酸($\rho = 1.13 \text{ g/mL}$),溶解后移入 100 mL 塑料容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

3.10 铅、铋、砷、锑、锡混合标准溶液

3.10.1 分别移取 10.00 mL 标准贮存溶液(3.5、3.6、3.7、3.8 和 3.9)于盛有 100 mL 硝酸(3.3)的 1 000 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含铅、铋、砷、锑、锡各 10 μg 。

3.10.2 移取 10.00 mL 混合标准溶液(3.10.1)于盛有 10 mL 硝酸(3.3)的 100 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液 1 mL 含铅、铋、砷、锑、锡各 1 μg (用时现配)。

3.11 钴基体溶液(40 mg/L):称取 10.00 g 高纯金属钴(3.1),置于 500 mL 烧杯中,加适量水,分次加入 140 mL 硝酸(3.2),待剧烈反应停止后,加热至完全溶解。微沸驱除氮的氧化物,冷却,用预先以硝酸(3.3)洗过的致密滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用水洗涤滤纸。以水定容,混匀。此溶液约含 5%的硝酸。

4 仪器

原子吸收光谱仪,配有电热原子化器,附砷、锑、铋、锡、铅空心阴极灯。

仪器应配备有背景校正装置。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.50 g(m_0)试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

用同批硝酸溶解高纯金属钴和试料。以标准系列溶液的零浓度溶液作为试料空白。

5.3 试料溶解

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 12 mL 硝酸(3.3),加热至完全溶解,微沸驱除氮的氧化物冷却。移入 50 mL(V)容量瓶中,以水定容,混匀。

5.4 工作曲线标准溶液的配制

分别移取 12.50 mL 钴基体溶液(3.11)于 6 个 50 mL 容量瓶中,各加入 0 mL,1.00 mL,1.50 mL,3.00 mL,4.50 mL,6.00 mL,7.50 mL 混合标准溶液(3.10.2)。用硝酸(3.4)稀释至刻度,混匀。

5.5 最佳参数的选择

根据仪器说明书推荐的条件及本实验室的实践经验,对所用的原子化器和取样量(5 μL ~30 μL)选择各元素电热原子化的最佳参数。

5.6 测定

5.6.1 各元素测定波长如表 1。

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 12 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 281.12—1994《钴化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定砷、锑、铋、锡、铅量》。与 YS/T 281.12—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 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:北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位:金川集团有限公司、烟台鹏晖铜业有限公司。

本部分主要起草人:冯先进、阮桂色、姜求韬、吕庆成、文占杰、王鲁华、张士涛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 281.12—1994。