

YS/T 227.10—2010

10 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；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

YS/T 227.10—2010

ICS 77.120.99
H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 227.10—2010
代替 YS/T 227.10—1994

碲化学分析方法
第 10 部分：砷量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of tellurium—
Part 10: Determination of arsenic content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry



YS/T 227.10-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21514

定价: 14.00 元

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

7 分析结果的计算

按式(1)计算砷的质量分数 w_{As} , 数值以 % 表示:

$$w_{As} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-9}}{m \cdot V_2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的砷的浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);

V_1 ——试料总体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——分取试液体积, 单位为毫升 (mL);

V_3 ——测定体积, 单位为毫升 (mL);

m ——称取试料质量, 单位为克 (g)。

所得结果保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 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 1 数据采用线性内插法获得:

表 1 重复性限

$w_{As}/\%$	0.000 31	0.000 56	0.001 0
$r/\%$	0.000 10	0.000 15	0.000 2

8.2 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 2 数据采用线性内插法获得:

表 2 再现性限

$w_{As}/\%$	0.000 31	0.000 56	0.001 0
$R/\%$	0.000 15	0.000 18	0.000 3

9 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。

中华人民共和国有色金属
 行业标准
 砷化学分析方法
 第 10 部分: 砷量的测定
 氢化物发生-原子荧光光谱法
 YS/T 227.10—2010

*
 中国标准出版社出版发行
 北京复兴门外三里河北街 16 号
 邮政编码: 100045
 网址 www.spc.net.cn
 电话: 68523946 68517548
 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
 2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷
 *
 书号: 155066·2-21514 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)68533533

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标均可使用:

——检出极限:不大于 2×10^{-9} g/mL;

——精密度:用 0.02 μ g/mL 的砷标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 5.0%。

原子荧光光谱仪的参考工作条件:灯电流:60 mA;负高压:270 V;载气流量:400 mL/min;屏蔽气流量:1 000 mL/min;读数时间:10 s。

5 试样

样品粒度不大于 0.25 mm。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样 0.50 g,精确到 0.001 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试样(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解并蒸干,取下。

6.3.2 加入 8 mL~10 mL 氢氧化钾溶液(3.8),用少量水洗涤表皿和杯壁,加热溶解盐类,取下。

6.3.3 吹水至约 30 mL,加入 1 滴溴甲酚紫-溴百里酚蓝混合指示剂(3.13),混匀,在不断搅拌中滴加盐酸(3.5)至大量沉淀生成,当溶液变为浅蓝色后,缓慢滴加盐酸(3.7)至溶液为乳白色(可见微黄),此时 pH 值为 6.0~6.5 之间。

6.3.4 将溶液和沉淀移入 50 mL 容量瓶中,用少量水洗净烧杯及杯壁,用水稀释至刻度,摇匀后干过滤。

6.3.5 准确移取 10.00 mL 滤液置于 25 mL 比色管中,加入 3 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.10)和 5 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,摇匀后放置 30 min。

6.3.6 以盐酸(3.6)为载流,硼氢化钾溶液(3.9)为还原剂,以试料空白为参比,在设定的仪器工作条件下测定砷荧光强度,在工作曲线上查得砷的浓度。

6.4 工作曲线绘制

6.4.1 分别称取 0.500 0 g 高纯砷(3.1)置于 6 个 100 mL 烧杯中,分别移入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液(3.12),加入 10 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解并蒸干,取下。以下操作按 6.3.2~6.3.5 进行操作。

6.4.2 以盐酸(3.6)为载流,硼氢化钾溶液(3.9)为还原剂,在设定的仪器工作条件下测定砷荧光强度。减去系列标准溶液中“零”浓度标准的荧光强度,以砷浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

前 言

YS/T 227《砷化学分析方法》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 2,3-二氨基萘吸光光度法;

——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:砷量的测定 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 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为第 10 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 227.10—1994《砷中砷量的测定(正戊醇萃取砷钼蓝吸光光度法)》。与 YS/T 227.10—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——改变了测定方法,采用氢化物发生-原子荧光光谱法;

——补充了精密度、质量保证和控制条款;

——补充了“试验报告”要求。

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、辽宁出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:王军学、蔡军、袁玉霞、陈殿耿、王皓莹、李岩、董秀文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 227.10—1994;

——GB/T 2146—1980。