

YS/T 276.1—2011

- 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 276.1—2011

ICS 77.120.99  
H 13

**YS**

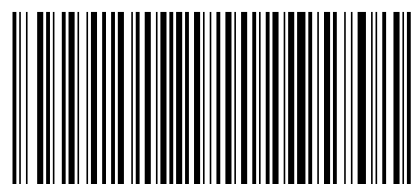
**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS/T 276.1—2011  
代替 YS/T 276.1—1994

---

**铟化学分析方法**  
**第 1 部分:砷量的测定**  
**氢化物发生-原子荧光光谱法**

**Methods for chemical analysis of indium—**  
**Part 1: Determination of arsenic content—**  
**Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry**



YS/T 276.1—2011

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-23658

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

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

式中：

$\rho$  ——从工作曲线上查出的砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL)；

$V_1$  ——定容体积,单位为毫升(mL)；

$V_2$  ——分取体积,单位为毫升(mL)；

$V$  ——测定体积,单位为毫升(mL)；

$m$  ——试料的质量,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2数据采用线性内插法获得。

表 2 重复性限

$w_{As}/\%$	0.000 21	0.000 51	0.000 97	0.002 0
$r/\%$	0.000 09	0.000 12	0.000 22	0.000 4
注：重复性( $r$ )为 $2.8S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。				

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获得。

表 3 再现性限

$w_{As}/\%$	0.000 21	0.000 51	0.000 97	0.002 0
$R/\%$	0.000 10	0.000 15	0.000 25	0.000 5
注：再现性( $R$ )为 $2.8S_R$ , $S_R$ 为再现性标准差。				

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。

10 试验报告

——试样；

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
钢铁化学分析方法  
第1部分:砷量的测定  
氢化物发生-原子荧光光谱法  
YS/T 276.1—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6月第一版 2012年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-23658 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

——精密度:用 0.004  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的砷标准溶液测量 11 次荧光强度,其相对标准偏差不超过 5.0%。

## 5 试样

将样品加工成边长不大于 3 mm 的屑状。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取试样 1.00 g,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(3.7),于低温电炉上溶解完全,并蒸至小体积,取下冷却,加入 5 mL 盐酸溶液(3.5),微热溶解,移入 100 mL 容量瓶,以水稀释至刻度,混匀。

表 1 分取试液体积及试剂加入量

砷(质量分数) $w/\%$	分取体积 $V/\text{mL}$	测定体积 $V/\text{mL}$	补加盐酸溶液 (3.5)/mL	补加硫脲-抗坏血酸(3.8) /mL
0.000 20~0.001 0	20.00	100	10	10
>0.001 0~0.002 0	10.00	100	10	10

6.4.2 按表 1 分取试料溶液至相应的容量瓶中,加入相应量的试剂,以水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

6.4.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸溶液(3.6)为载流,硼氢化钾溶液(3.9)为还原剂,以砷空心阴极灯为激发光源,以试料空白为参比,测量试料溶液中砷的荧光强度,从工作曲线上查出砷的质量浓度( $\rho$ )。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 砷标准溶液(3.11)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸溶液(3.5)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

6.5.2 在与测量试料溶液相同的条件下,以试剂空白为参比,测量系列标准溶液的荧光强度,以砷的质量浓度为横坐标,相应的荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算砷的质量分数  $w_{\text{As}}$ ,数值以%表示:

## 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:铊量的测定 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:钢量的测定  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法;
- 第 10 部分:铋、铝、铅、铁、铜、镉、锡、铊量的测定 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、铊、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分是按照 GB/T 1.1 给出的规则起草的。

本部分为 YS/T 276 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 276.1—1994《钢化学分析方法 水相钼蓝分光光度测定砷量》,与 YS/T 276.1—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;
- 测定范围由 0.000 3%~0.001 0%扩展至 0.000 20%~0.002 0%;
- 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:广西华锡集团股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草人:姜求韬、冯先进、阮桂色、高颖剑、杨观新、覃祚明、潘世山、严伟强、鲁青庆、池凤华、李遵义。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 276.1—1994;
- GB/T 8221.1—1987。