

YS/T 74.7—2010

次。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;
- 使用的方法;
- 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 74.7—2010

ICS 77.120.70
H 13

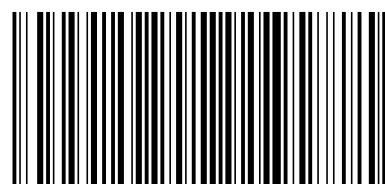
YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.7—2010
代替 YS/T 74.7—1994

镉化学分析方法 第 7 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 7: Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometry



YS/T 74.7—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21443

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
钨化学分析方法
第7部分:铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法
YS/T 74.7—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: 155066·2-21443 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

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铁标准溶液(3.17)于一组 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸羟胺溶液(3.12)。以下按 5.3.6~5.3.8 进行。

5.4.2 减去试剂空白的吸光度,以吸光度为纵坐标,铁量为横坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{Fe} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液体积,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)。

分析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)按以下表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 重复性限

$w_{Fe}/\%$	0.000 52	0.002 2	0.003 9	0.007 9	0.011
$r/\%$	0.000 20	0.000 6	0.000 7	0.000 7	0.001

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(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

$w_{Fe}/\%$	0.000 52	0.002 2	0.003 9	0.007 9	0.011
$R/\%$	0.000 30	0.000 8	0.001 2	0.001 8	0.002

8 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一

3.17 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.16)于 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.9),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量、加入硝酸量及分取试液体积

铁的质量分数/%	试料/g	加入硝酸(3.7)/mL	分取试液体积/mL
0.000 5~0.001 0	2.000 0	20	—
>0.001 0~0.002 5	1.000 0	10	—
>0.002 5~0.010	2.000 0	20	10.00

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 200 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(3.7),待剧烈反应后,低温加热至试料溶解完全,低温蒸发至近干。

5.3.2 加入 5 mL 盐酸(3.9),加热溶解盐类。

5.3.2.1 当铁 \leq 0.002 5%时,将试液(5.3.2)移入 125 mL 分液漏斗中,用 15 mL 盐酸(3.9)分几次洗涤烧杯,洗液并入同一分液漏斗中。

5.3.2.2 当铁 $>$ 0.002 5%时,将试液移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.9)稀释至刻度,移取 10.00 mL 于 125 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 盐酸(3.9)。

5.3.3 加入 15 mL 乙酸异戊酯(3.4),振荡 30 s,静置分层,将水相移入另一个分液漏斗中,加入 10 mL 乙酸异戊酯(3.4),重复萃取一次,弃去水相。

5.3.4 合并有机相,用 10 mL 盐酸(3.9)洗涤振荡 15 s,弃去水相。

5.3.5 有机相先后用 10 mL、5 mL 盐酸羟胺溶液(3.12)反萃取各一次,每次振荡 1 min,静置分层,水相放入 150 mL 烧杯中。

5.3.6 加入 1 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.14)、2 mL 乙酸铵溶液(3.13),用氨水(3.11)及盐酸(3.8)调节 pH5~pH6,盖上表皿,于低温处加热至沸,趁热加入 2 mL 1,10-二氮杂菲溶液(3.15),混匀,冷却至室温。

5.3.7 将试液移入 25 mL 比色管中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.8 取部分试液于 3 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 510 nm 处,测量其吸光度。

5.3.9 减去空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 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:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 3 部分:镍量的测定 电热原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法;
- 第 6 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 8 部分:铊量的测定 结晶紫分光光度法;
- 第 9 部分:锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 10 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 7 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 74.7—1994《镉化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》,本部分与原标准相比,主要变化如下:

- 分析范围的上限由原来的 0.006%扩展至 0.010%;
- 对文本格式进行了修改;
- 补充了精密度、质量保证和控制条款;
- 增加了警告性提示;
- 增加了试验报告条款。

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:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位:河南豫光金铅股份有限公司。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分主要起草人:李军华、孔建敏、李向青、姜求韬、张小军、杨艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 74.7—1994;
- GB/T 2132—1980。