

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 715.3—2009

二氧化硒化学分析方法 第3部分：氯量的测定 氯化银浊度法

Methods for chemical analysis of selenium dioxide—
Part 3: Determination of chlorine content—
Silver chlorine turbidimetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 715《二氧化硒化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：二氧化硒量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 2 部分：砷、镉、铁、汞、铅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：氯量的测定 氯化银浊度法；
- 第 4 部分：灼烧残渣的测定 重量法；
- 第 5 部分：水不溶物含量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 715 的第 3 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：广州有色金属研究院。

本部分参加起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司、江西铜业集团公司。

本部分主要起草人：戴凤英、刘天平、张永进、罗咏梅 汪实富、汪雪萍、胡续一。

二氧化硒化学分析方法
第 3 部分：氯量的测定 氯化银浊度法

1 范围

YS/T 715 的本部分规定了二氧化硒中氯含量的测定方法。
本部分适用于二氧化硒中氯含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.050%。

2 方法提要

试料用水溶解，在丙三醇存在下，氯与硝酸银生成氯化银乳浊液，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水，本部分试验用水为去离子水，符合三级水规格。

- 3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.2 丙三醇(1+1)。
- 3.3 硝酸银溶液(10 g/L)。
- 3.4 氯标准贮存溶液：称取 1.648 5 g 基准氯化钠(预先在 400 ℃~500 ℃灼烧至恒重，在干燥器中冷却至室温)溶于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。
- 3.5 氯标准溶液 A：移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液(3.4)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氯。
- 3.6 氯标准溶液 B：移取 10.00 mL 氯标准溶液 A(3.5)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氯。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

试样需均匀、干燥、密封完好。

6 分析步骤

6.1 试料

在干燥的环境下，按表 1 快速准确地称取试样(5)，精确至 0.000 1 g。

表 1 试样量

氯的质量分数/%	试料质量/g	分取试液体积/mL
0.001 0~0.003 0	2.0	全量
>0.003 0~0.007 5	2.0	10
>0.007 5~0.030	1.0	5
>0.030~0.050	0.5	5

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 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,微热使试样溶解,冷却。

6.4.2 将试液移入 25 mL 容量瓶中。当氯的质量分数>0.003 0 %~0.050 %时,按表 1 分取试液于另一 25 mL 容量瓶中。加入 3 mL 硝酸(3.1)、2 mL 丙三醇(3.2)、1 mL 硝酸银溶液(3.3),每加一种试剂均需摇匀。用水稀释至刻度,充分混匀,静置暗处 10 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入 2 cm 吸收池中,以随同试料的空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的氯的质量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 氯标准溶液 B(3.6)置于一组 25 mL 容量瓶中,加入 3 mL 硝酸(3.1)、2 mL 丙三醇(3.2)、1 mL 硝酸银溶液(3.3),每加一种试剂均需摇匀。用水稀释至刻度,充分混匀,静置暗处 10 min。

6.5.2 将部分试液(6.5.1)移入 2 cm 吸收池中,以系列标准溶液零浓度为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量吸光度。以氯的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

氯的含量以氯的质量分数 w_{Cl} 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

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

式中:

- m_1 ——自标准曲线上查得的氯的质量,单位为微克(μg);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果在 0.001 0 %~0.010 %时表示至小数点后第四位;所得结果在>0.010 %~0.050 %时表示至小数点后第三位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得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大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5 %为前提,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性

$w_{\text{Cl}}/\%$	0.001 61	0.011 6	0.031 6
$r/\%$	0.000 16	0.000 8	0.001 2

8.2 再现性

在再现性条件下获得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大于再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过 5 %为前提,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法获得。

表 3 再现性

$w_{\text{Cl}}/\%$	0.001 61	0.011 6	0.031 6
$R/\%$	0.000 21	0.001 0	0.001 2

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
二氧化硒化学分析方法
第 3 部分:氯量的测定 氯化银浊度法
YS/T 715.3—2009

*

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 6 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*

书号:155066·2-20592 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



YS/T 715.3—2009