



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 276.3—2011
代替 YS/T 276.3—1994

铟化学分析方法 第 3 部分：铊量的测定 甲基绿分光光度法

Methods for chemical analysis of indium—
Part 3: Determination of thallium content—
Methyl green photometric method

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

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
铟化学分析方法
第 3 部分:铈量的测定
甲基绿分光光度法
YS/T 276.3—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: 155066·2-23656 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

前 言

YS/T 276《铟化学分析方法》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：铈量的测定 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：铟量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 10 部分：铋、铝、铅、铁、铜、镉、锡、铈量的测定 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、铈、锌、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本部分为 YS/T 276 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 276.3—1994《铟化学分析方法甲基绿分光光度法测定铈量法》，与 YS/T 276.3—1994 相比，本部分主要有如下变动：

- 测定范围由 0.000 5%~0.012 0%扩展至 0.000 30%~0.100%；
- 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：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草人：李遵义、刘立东、刘丽敏、周安康、张丽萍、张东光、唐秀云、于力。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 276.3—1994；
- GB/T 8221.3—1987。

铟化学分析方法
第 3 部分：铈量的测定
甲基绿分光光度法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 276 的本部分规定了铟中铈含量的测定方法。
本部分适用于铟中铈含量的测定。测定范围为 0.000 30%~0.100%。

2 方法原理

试料用盐酸分解，在 0.008 mol/L~0.24 mol/L 氢溴酸溶液中，铈与甲基绿生成的紫色络合物，用乙酸异戊酯萃取，于分光光度计波长 610 nm 处测量吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 乙酸异戊酯。
- 3.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 3.3 盐酸溶液(1+1)。
- 3.4 氢溴酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 3.5 氢溴酸溶液(1 mol/L)：移取 75 mL 氢溴酸(3.4)、10 mL 饱和溴水于 500 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 3.6 磺基水杨酸溶液(100 g/L)。
- 3.7 甲基绿溶液(5 g/L)。
- 3.8 铈标准贮存溶液：称取 0.260 7 g 硝酸铈基准试剂，置于 50 mL 烧杯中，用水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 铈。
- 3.9 铈标准溶液：移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液(3.8)于 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 铈。

4 仪器

分光光度计。

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

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称取试料量

铈(质量分数) <i>w</i> /%	试料量 <i>m</i> /g	定容体积 <i>V</i> /mL	分取体积 <i>V</i> ₁ /mL
0.000 30~0.001 5	0.50	—	—
>0.001 5~0.005 0	0.20	—	—
>0.005 0~0.020 0	0.50	50	5.00
>0.020 0~0.100	0.20	100	5.00

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 按表 1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液(3.3),盖上表面皿,低温加热溶解并蒸至近干,加入 2 mL 氢溴酸溶液(3.5),微热溶解,取下冷却。将溶液按表 1 用水移入相应体积容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 分取试液,移入 125 mL 分液漏斗中,加入 2 mL 氢溴酸溶液(3.5),加入 1 mL 磺基水杨酸溶液(3.6),混匀,用水稀释至 25 mL,加入 3 mL 甲基绿溶液(3.7),混匀,加入 10.00 mL 乙酸异戊酯(3.1),振荡 2 min,弃去水相,用 10 mL 水洗涤一次,弃去水相。

6.4.3 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以随同试料空白为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应铈的质量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铈标准溶液(3.9),分别置于一组 125 mL 分液漏斗中,以下按 6.4.2 进行,将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度,以铈的质量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铈的质量分数 *w*_{Tl},数值以%表示:

$$w_{Tl} = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得铈的质量，单位为微克(μg)；

m ——试料的质量，单位为克(g)；

V ——定容体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取体积，单位为毫升(mL)。

分析结果大于等于 0.010 0 应保留三位有效数字，小于 0.010 0 应保留两位有效数字。

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

$w_{\text{Tl}}/\%$	0.000 39	0.002 0	0.014 0	0.064 9	0.128
$r/\%$	0.000 13	0.000 5	0.003 6	0.006 2	0.016
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绝对差不大于再现性限(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获得。

表 3 再现性限

$w_{\text{Tl}}/\%$	0.000 39	0.002 0	0.014 0	0.064 9	0.128
$R/\%$	0.000 15	0.000 6	0.003 8	0.006 8	0.018
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；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 分析结果及其表示；

YS/T 276.3—2011

- 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 276.3—2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-23656

定价: 14.00 元