

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 601.2—2008

代替 XB/T 601.2~601.5—1993, XB/T 601.7~601.8—1993

XB/T 601.2—2008

六硼化镧化学分析方法 铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of lanthanum boride—
Determination of Fe, Ca, Mg, Cr, Mn, Cu, Co content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method

中华人民共和国稀土
行业标准
六硼化镧化学分析方法
铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定
电感耦合等离子体发射光谱法
XB/T 601.2—2008

*

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 0.75 字数 11 千字

2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

*

书号: 155066·2-18605 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



XB/T 601.2—2008

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准分为以下 5 个部分：

XB/T 601.1—2008 六硼化镧化学分析方法 硼量的测定 酸碱滴定法

XB/T 601.2—2008 六硼化镧化学分析方法 铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.3—2008 六硼化镧化学分析方法 钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.4—2008 六硼化镧化学分析方法 碳量的测定 高频感应燃烧红外线吸收法

XB/T 601.5—2008 六硼化镧化学分析方法 酸溶硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

本部分为第 2 部分。本部分是对 XB/T 601.2—1993《六硼化镧化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量》、XB/T 601.3—1993《六硼化镧化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量》、XB/T 601.4—1993《六硼化镧化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜量》、XB/T 601.5—1993《六硼化镧化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锰量》、XB/T 601.7—1993《六硼化镧化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》和 XB/T 601.8—1993《六硼化镧化学分析方法 二苯氨基脲分光光度法测定铬量》的整合修订。本部分与 XB/T 601.2~601.5—1993、XB/T 601.7~601.8—1993 相比主要变化如下：

——采用了电感耦合等离子体发射光谱法；

——增加了精密度(重复性)条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分由湖南稀土金属材料研究院负责起草。

本部分由包头稀土研究院、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人：刘荣丽、翁国庆、崔益新。

本部分参加起草人：蒋天怡、崔爱端、邵荣珍、杨萍。

本标准所代替的历次标准版本发布情况为：

——XB/T 601.2~601.5—1993、XB/T 601.7~601.8—1993。

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);
 m ——试料的质量,单位为克(g)。

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5数据采用线性内插法求得。

表 5

元素名称	质量分数/%	重复性限(r)/%	元素名称	质量分数/%	重复性限(r)/%
铁	0.025	0.005	铬	0.005 0	0.000 7
	0.074	0.007		0.010	0.002
	0.122	0.012		0.100	0.019
钙	0.007 5	0.000 7	锰	0.005 0	0.000 9
	0.010	0.001		0.010	0.002
	0.100	0.014		0.100	0.015
镁	0.002 1	0.001 0	铜	0.004 9	0.000 7
	0.010	0.002		0.010	0.002
	0.10	0.01		0.10	0.02

注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表6所列允许差。

表 6

元素名称	质量分数/%	允许差/%	元素名称	质量分数/%	允许差/%
铁	0.005 0~0.008 0	0.001 0	铬	0.001 0~0.005 0	0.000 9
	>0.008 0~0.020	0.002 5		>0.005 0~0.010	0.002 0
	>0.020~0.050	0.005 0		>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.20	0.020		>0.050~0.080	0.008
	>0.20~0.50	0.03		>0.080~0.10	0.025
钙	0.005~0.015	0.002	锰	0.001 0~0.005 0	0.000 9
	>0.015~0.025	0.003		>0.005 0~0.010	0.002 0
	>0.025~0.060	0.005		>0.010~0.050	0.005
	>0.060~0.15	0.015		>0.050~0.080	0.008
	>0.15~0.30	0.02		>0.080~0.10	0.025
镁	0.000 5~0.001 0	0.000 2	铜	0.001 0~0.005 0	0.000 9
	>0.001 0~0.005 0	0.001 0		>0.005 0~0.010	0.002 0
	>0.005 0~0.010	0.002 5		>0.010~0.050	0.005
	>0.010~0.050	0.005		>0.050~0.080	0.008
	>0.050~0.10	0.020		>0.080~0.10	0.025

六硼化镧化学分析方法 铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本部分规定了六硼化镧中铁、钙、镁、铬、锰、铜含量的测定方法。
 本部分适用于六硼化镧中铁、钙、镁、铬、锰、铜含量的测定,测定范围见表1。

表 1

测定元素	测定范围(质量分数)/%
铁	0.005 0~0.50
钙	0.005 0~0.30
镁	0.000 5~0.10
铬	0.001 0~0.10
锰	0.001 0~0.10
铜	0.001 0~0.10

2 方法原理

试料用硝酸溶解,在稀硝酸介质中直接以氩等离子体系光源激发进行光谱测定。以标准加入法校正基体对测定的干扰。

3 试剂

- 3.1 硝酸(1+1),优级纯。
- 3.2 盐酸(1+1),优级纯。
- 3.3 氩气(>99.99%)
- 3.4 盐酸羟胺:优级纯
- 3.5 铬标准贮存溶液:称取 2.828 9 g 经 110℃ 烘 1 h 的重铬酸钾(基准试剂)于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.1)加热溶解;冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。将此溶液用 HNO₃(5+95)稀释成 1 mL 分别含 100 μg、10 μg 和 1 μg 的铬标准溶液。
- 3.6 锰标准贮存溶液:称取 1.582 5 g 经 110℃ 烘 1 h 的二氧化锰(>99.999%)于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.2),再加少量盐酸羟胺(3.4)加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。将此溶液用 HNO₃(5+95)稀释成 1 mL 分别含 100 μg、10 μg 和 1 μg 的锰标准溶液。
- 3.7 铁标准贮存溶液:移取 1.429 8 g 经 110℃ 烘 1 h 的三氧化二铁(>99.999%)于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.2)加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。将此溶液用 HNO₃(5+95)稀释成 1 mL 分别含 100 μg、10 μg 和 1 μg 的铁标准溶液。
- 3.8 铜标准贮存溶液:移取 1.251 8 g 经 110℃ 烘 1 h 的氧化铜(>99.999%)于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 硝酸(3.1)加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜,将此溶液用 HNO₃(5+95)稀释成 1 mL 分别含 100 μg、10 μg 和 1 μg 的铜标准溶液。