

ICS 77.120
H 71

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 574.5—2009
代替 YS/T 574.5—2006

YS/T 574.5—2009

电真空用锆粉化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法 测定钙、镁量

Methods for chemical analysis of zirconium powder for electro-vacuum uses—
Determination of calcium and magnesium content by
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
电真空用锆粉化学分析方法
电感耦合等离子体发射光谱法
测定钙、镁量

YS/T 574.5—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 7 千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

*

书号: 155066·2-20420 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 574.5-2009

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

表 1

钙、镁的质量分数/%	试料量/g	定容体积/mL
0.004 0~0.020	0.10	100
>0.020~0.5	0.10	100
>0.5~1.0	0.10	先定容至 100 分取 10,再定容至 100

5.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料置于铂坩埚中,吹少许水,加入 2 mL 硝酸(3.1)和 2 mL 氢氟酸(3.2),电炉上微热使其完全溶解,冷却,移入 100 mL 塑料容量瓶中,以水定容,摇匀。

5.4.2 钙按谱线波长 393.366 nm 的分析线、镁按谱线波长 279.553 nm 的分析线,于电感耦合等离子体发射光谱仪上测量样品溶液中待测元素的光谱强度,并由计算机按工作曲线自动计算出待测元素的质量浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 待测元素质量分数为 0.004%~0.020%时

在一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL 钙、镁标准溶液(3.8)于一组 100 mL 塑料容量瓶中,加入 2 mL 氢氟酸(3.2)和 2 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 待测元素质量分数>0.020%~0.50%时

在一组 100 mL 塑料容量瓶中,各加入 10.00 mL 纯锆溶液(3.5),分别加入 0 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、5.0 mL 标准溶液(3.8),加入 2 mL 氢氟酸(3.2)和 2 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.3 待测元素质量分数>0.50%~1.00%时

在一组 100 mL 塑料容量瓶中,各加入 1.00 mL 纯锆溶液(3.5),分别加入 0 mL、0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL 标准溶液(3.8),加入 2 mL 氢氟酸(3.2)和 2 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

钙按谱线波长 393.366 nm 的分析线、镁按谱线波长 279.553 nm 的分析线,于电感耦合等离子体发射光谱仪上测量工作曲线溶液中待测元素的光谱强度,并由计算机自动绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

钙、镁含量以钙、镁的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_0 ——空白溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_1 ——试样溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

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

前 言

YS/T 574《电真空用锆粉化学分析方法》分为八个部分:

- YS/T 574.1 电真空用锆粉化学分析方法 重量法测定总锆及活性锆量;
- YS/T 574.2 电真空用锆粉化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量;
- YS/T 574.3 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量;
- YS/T 574.4 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量;
- YS/T 574.5 电真空用锆粉化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测钙、镁量;
- YS/T 574.6 电真空用锆粉化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝量;
- YS/T 574.7 电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝分光光度法测定硫量;
- YS/T 574.8 电真空用锆粉化学分析方法 惰性气氛加热热导法测定氢量。

本部分为 YS/T 574 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 574.5《电真空用锆粉化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙、镁》(原 GB/T 3256.5—1982)。

本部分与 YS/T 574.5—2006 相比主要变化如下:

- 采用电感耦合等离子体发射光谱法代替原来的原子吸收光谱法;
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由西部金属材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中信锦州铁合金股份有限公司、西北有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人:杨军红、禄妮、李波、翟通德。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 574.5—2006。

电真空用锆粉化学分析方法

电感耦合等离子体发射光谱法

测定钙、镁量

1 范围

本部分规定了电真空用锆粉中钙、镁含量的测定。

本部分适用于电真空用锆粉中钙、镁含量的测定。测定范围(质量分数):镁 0.004%~1.00%、钙 0.003%~0.50%。

2 方法原理

试料用氢氟酸、硝酸分解,在此介质中,使用电感耦合等离子发射光谱仪,于各元素选定的波长处测量其质量浓度。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL),优级纯。

3.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.5 纯锆溶液:称取 0.10 g 高纯锆粉置于 100 mL 塑料烧杯中加入 5 mL 硝酸(3.1)和 3 mL 氢氟酸(3.2),加热至全部溶解,冷却。移入 250 mL 塑料容量瓶中,以水定容,摇匀。

3.6 钙标准贮存溶液:称取 2.497 1 g 预先在 105 °C~110 °C 干燥至恒量的碳酸钙(基准试剂)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,然后滴加盐酸(1+1)至完全溶解,再加入 10 mL 盐酸(3.4),煮沸除去二氧化碳,取下冷却,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 钙。

3.7 镁标准贮存溶液:分别称取 1.000 0 g 纯镁($w \geq 99.99\%$)于一组 200 mL 烧杯中,分别加入 15 mL 硝酸(1+1),加热使其溶解,煮沸除去氮的氧化物,冷却。分别移入一组 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

3.8 钙、镁标准溶液:分别移取 10.00 mL 钙、镁标准贮存溶液于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 硝酸(1+1),以水稀释至刻度,混匀。上述溶液 1 mL 分别含有 100 μ g 钙、镁。

4 仪器

电感耦合等离子发射光谱仪。

测定条件:

功率(W):1 150	雾化压力(psi):27	辅助气(lpm):0.5
泵速(rpm):100	长波积分时间(s):20	短波积分时间(s):5
观测方式:Axial view(水平观测)		

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。