

铼酸铵化学分析方法 铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、 铬、锰、铁、钴、铜、锌和钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of ammonium rhenate—
Determination of beryllium, magnesium, aluminium,
potassium, calcium, titanium, chromium, manganese, iron, cobalt,
copper, zinc and molybdenum contents in ammonium rhenate—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

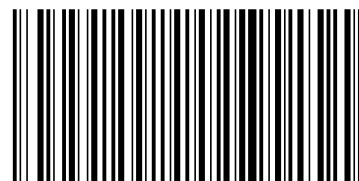
中华人民共和国有色金属
行业标准
铼酸铵化学分析方法
铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、
铬、锰、铁、钴、铜、锌和钼量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 833—2012

*
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 0.75 字数 15 千字
2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷

*
书号: 155066·2-24562 定价 16.00 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



YS/T 833-2012

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 3 (续)

$w(\text{Ti})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.006 0	0.008 0
$R/\%$	0.000 5	0.001 2	0.001 4	0.001 8
$w(\text{Cr})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.009 5	0.015 5
$R/\%$	0.000 7	0.001 3	0.001 8	0.003 8
$w(\text{Mn})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.009 5
$R/\%$	0.000 6	0.000 9	0.001 3	0.001 7
$w(\text{Fe})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.008 0
$R/\%$	0.000 5	0.001 0	0.001 6	0.001 8
$w(\text{Co})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.009 5
$R/\%$	0.000 6	0.001 1	0.001 5	0.001 7
$w(\text{Cu})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.009 5
$R/\%$	0.000 7	0.001 2	0.001 5	0.001 9
$w(\text{Zn})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.005 0	0.006 0
$R/\%$	0.000 4	0.001 0	0.001 3	0.001 4
$w(\text{Mo})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.009 5
$R/\%$	0.000 7	0.001 2	0.001 6	0.001 8

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:徐州浩通新材料科技股份有限公司、国家有色金属及电子材料分析测试中心、兰州金川新材料科技股份有限公司、桂林矿产地质研究院、阳谷祥光铜业有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司。

本标准主要起草人:郁丰善、赵慧、李显、魏礼超、安晓晓、刘冰心、李娜、张丽、施意华、王蒋亮、张永中、张羽、林英玲、蓝美秀、俞金生、胡军凯。

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标准的有效性。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

试验报告应包含下列几个方面的内容:

- 试样;
- 本标准编号;
- 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。

标准工作曲线。

6.5.2 铍、镁、铝、钛、铬、锰、铁、钴、铜和锌工作曲线的绘制

移取 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 铍、镁、铝、钛、铬、锰、铁、钴、铜和锌混合标准贮存溶液(3.24), 置于一组 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上, 在选定的仪器工作条件下, 绘制标准工作曲线。

6.5.3 钼工作曲线的绘制

移取 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.25), 置于一组 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上, 在选定的仪器工作条件下, 绘制标准工作曲线。

7 分析结果的表述

被测元素的含量以质量分数 $w(\text{Me})$ 计, 按式(1)计算:

$$w(\text{Me}) = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——仪器测得试液中杂质元素的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——仪器测得空白试液中杂质元素的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——试料的质量, 单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后 4 位。

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)的情况应不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

$w(\text{Be})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.009 5
$r/\%$	0.000 3	0.000 8	0.001 1	0.001 4
$w(\text{Mg})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.007 5	0.009 5
$r/\%$	0.000 2	0.000 6	0.001 0	0.001 3
$w(\text{Al})/\%$	0.000 5	0.001 5		
$r/\%$	0.000 3	0.000 5		
$w(\text{K})/\%$	0.000 8	0.002 5	0.005 0	0.007 0
$r/\%$	0.000 2	0.000 5	0.000 8	0.001 1

铼酸铵化学分析方法 铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、 铬、锰、铁、钴、铜、锌和钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌和钼量的测定方法。

本标准适用于铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌和钼量的测定, 测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	测定范围 $w/\%$	元素	测定范围 $w/\%$
Be	0.000 5~0.010	Mn	0.000 1~0.010
Mg	0.000 1~0.010	Fe	0.000 1~0.008 0
Al	0.000 1~0.002 0	Co	0.000 4~0.010
K	0.000 1~0.007 0	Cu	0.000 5~0.010
Ca	0.000 5~0.010	Zn	0.000 1~0.006 0
Ti	0.000 1~0.008 0	Mo	0.000 5~0.010
Cr	0.000 1~0.020		

2 方法提要

试料用硝酸和硫酸溶解, 在稀硝酸介质中, 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定的条件下, 测定试液中各杂质元素的质量浓度, 按标准曲线法计算试料中铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌和钼的量。

3 试剂和材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 氩气(质量分数 $\geq 99.99\%$)。
- 3.2 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$), 优级纯。
- 3.3 盐酸(1+9)。
- 3.4 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$), 优级纯。
- 3.5 硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$), 优级纯。
- 3.6 硫酸(1+4)。
- 3.7 混合酸: 3 单位体积的盐酸(3.2)与 1 单位体积的硝酸(3.4)混匀, 用时配制。
- 3.8 聚乙烯容量瓶, 50 mL。