

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.9—2008
代替 YS/T 568.9—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、 锌、钼、钒、锆含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
-Determination of Al, Ca, Mg, Mn, Na, Ni, Fe, Ti, Zn, Mo, V, Zr
content in hafnium oxide
-Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568—2006《氧化锆、氧化钪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分 氧化锆和氧化钪量的测定 苦杏仁酸重量法
- 第 2 部分 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 3 部分 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 4 部分 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 5 部分 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法
- 第 7 部分 磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法
- 第 8 部分 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 9 部分 氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钪、锆量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 10 部分 锰量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 11 部分 镍量的测定 α -联吡啶甲酰二脒分光光度法

本部分为第 9 部分。

本部分代替 YS/T 568.9-2006《氧化钪中氧化锆量的测定》(原 GB/T 2590.9-1981)。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分由广州有色金属研究院、宝钛集团有限公司参与起草。

本部分主要起草人：颜广灵 李娜 张卓

本部分参与起草人：戴凤英 黄永红 刘天平 张永进 麦丽碧

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.9-1981、YS/T 568.9-2006

氧化锆、氧化钨化学分析方法

氧化钨中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、 锌、钼、钒、锆含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本部分规定了氧化钨中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆含量的测定方法。

本部分适用于氧化钨中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆含量的测定。测定范围见表1。

表1 各元素的测定范围

元素	检测范围 w/%	元素	检测范围 w/%
Al	0.02~0.7	Ca	0.004~0.5
Zr	0.1~5	Fe	0.004~1
Mg	0.004~1	Mn	0.004~0.5
Mo	0.004~1	Na	0.004~1
Ni	0.004~0.5	Ti	0.004~1
V	0.004~1	Zn	0.004~1

2 方法提要

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

3 试剂

3.1 硝酸 (r1.42g/mL)，优级纯。

3.2 氢氟酸 (r1.13g/mL)，优级纯。

3.3 标准贮存溶液

3.3.1 钠标准贮存溶液：称取 2.5421g 氯化钠（预先在 400℃~450℃灼烧至恒量，无爆裂声，冷却至室温后使用），先溶于少量水中，再移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 钠。

3.3.2 铝标准贮存溶液：称取 17.5754g 硫酸钾铝于 100mL 烧杯中，加入 5mL 盐酸 (1+1)，加入少量水使其完全溶解后，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 铝。

3.3.3 钙标准贮存溶液：称取 2.4971g 预先在 105℃~110℃干燥至恒量的碳酸钙于 300mL 烧杯中，加入 20mL 水，然后滴加盐酸 (1+1) 至完全溶解，再加入 10mL 盐酸，煮沸除去二氧化碳，取下冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 钙。

3.3.4 铁、镍、锌、镁标准贮存溶液：分别称取 1.0000g 纯铁、纯锌、纯镍、纯镁 ($w \geq 99.99\%$) 于一组 200mL 烧杯中，分别加入 15mL 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 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 铁、锌、镍、镁。

3.3.5 锰标准贮存溶液：称取 1.5825g 二氧化锰于 200mL 烧杯中，加入 5mL 盐酸 (r1.19g/mL)，滴加几滴过氧化氢 (r1.14g/mL)，加热溶解后，再加入 5mL 盐酸 (r1.19g/mL)，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 锰。

3.3.6 钒标准贮存溶液：称取 2.2957g 钒酸铵于烧杯中，加入几粒氢氧化钠，以水稀释至 100mL 左右，待溶解完全后，以硫酸 (1+1) 中和至溶液呈酸性，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 钒。

3.3.7 钼标准贮存溶液：称取 1.8393g 钼酸铵于烧杯中，以少量水溶解，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 钼。

3.3.8 钛标准贮存溶液：称取 1.0000g 纯钛 ($w(\text{Ti}) \geq 99.99\%$) 于铂坩埚中，加入少许水后，慢慢滴加氢氟酸使其溶解，再滴加硝酸使低价钛完全氧化，加入 10mL 硫酸 (1.84g/mL)，摇匀，加热蒸发至冒硫酸白烟，取下，冷却至室温，移入 1000mL 容量瓶中，用硫酸 (5+95) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1mg 钛。

3.3.9 锆标准贮存溶液：称取 3.5328g 氯化锆酰于烧杯中，加入 40~50mL 盐酸 (1+9) 溶解（如果溶液浑浊需过滤）。将溶液移入 1000mL 容量瓶中，用盐酸 (1+9) 稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 锆。

3.4 铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆标准溶液：分别移取 10.00mL 铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆标准贮存溶液 (3.3) 于一组 100mL 容量瓶中，各加入 10mL 硝酸 (1+1)，以水稀释至刻度，混匀。上述溶液 1mL 分别含有 100 μg 铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆。

4 仪器和设备

电感耦合等离子发射光谱仪。

高压溶样装置

5 分析步骤

按表 2 称取试样，精确至 0.0001g。

表 2

质量分数 w/%	试料量 m/g	定容体积 V/mL
0.0040~0.020	0.50	100
>0.020 ~5.0	0.10	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

将试料置于铂坩埚中，吹少许水，加入 2mL 硝酸 (3.1) 和 2mL 氢氟酸 (3.2)，电炉上微热使其完全溶解（若此法不易溶解样品，可将试料置于高压溶样装置中，加入 1mL 硝酸 (3.1) 和 2mL 氢氟酸 (3.2)，溶解样品），冷却，移入 100mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。按表 3 所示仪器分析线，于电感耦合等离子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。

表 3 待测元素分析线

元素	Al	Ca	Fe	Mg	Mn	Mo
谱线波长 λ/nm	167.081, 396.152, 394.401,	393.366	259.940	279.553	257.610	204.598
元素	Ni	Ti	V	Zn	Zr	Na
谱线波长 λ/nm	221.647	334.941	309.311	202.548	343.823	589.592

5.5 工作曲线的绘制:

5.5.1 待测元素质量分数为 0.004%~0.2% 时:

在一组 100mL 容量瓶中, 分别加入 0.2mL、0.4mL、0.6mL、0.8mL、1.0mL、1.2mL 标准溶液 (3.4) 于一组 100mL 容量瓶中, 加入 2mL 氢氟酸 (3.2) 和 2mL 硝酸 (3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

5.5.2 待测元素质量分数 >0.2%~1% 时:

在一组 100mL 容量瓶中, 分别加入 0、0.1mL、0.5mL、1.0mL (配 Ca 工作曲线时取 0、0.1mL、0.3mL、0.5mL) 标准贮存溶液 (3.3), 加入 2mL 氢氟酸 (3.2) 和 2mL 硝酸 (3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

5.5.3 待测元素锆质量分数 1%~5% 时:

在一组 100mL 容量瓶中, 分别加入 0、1.0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL 锆标准溶液, 加入 2mL 氢氟酸 (3.2) 和 2mL 硝酸 (3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

按表 3、表 4 所示仪器的工作条件和分析线, 于电感耦合等离子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

按式 (1) 计算待测元素 (x) 的质量分数 (%):

$$w(x) = \frac{(r_1 - r_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——空白溶液的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$;

ρ_1 ——试样溶液的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液总体积, mL;

m ——试料的质量, 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 4 数据采用线性内插法求得。

表 4

质量分数 $w/\%$	0.0040	0.020	0.100	0.500	5.00
重复性限 $r/\%$	0.0006	0.004	0.016	0.054	0.14

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

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5

质量分数 $w / \%$	相对允许差 $\Delta / \%$
0.003~0.01	20
>0.01~0.1	10
>0.1~1	5
>1~5	3

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每六个月校核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。