YS/T 833-20xx

代替YS/T 833-2012



ICS 77.120.99

H 68

中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铼酸铵化学分析方法

铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、

铜、锌、钼、铅、钨、钠、锡、镍、硅量的测定

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、titaniun、chromium、manganese、ion、cobalt、copper、zinc、

molybdenum、lead、tungsten、sodium、tin、nickel、silicon content-

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(讨论稿)

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替YS/T 833—2012《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》。本标准与原标准相比，主要技术变化如下：

——范围增加了铅、钨、钠、锡、镍、硅六种杂质元素含量的测定；

——优化了测定温度、时间、试剂用量的条件。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准负责起草单位：徐州浩通新材料科技股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、西北有色金属研究院、金堆城钼业股份有限公司。

本标准主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 833-2012。

铼酸铵化学分析方法

铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、

铜、锌、钼、铅、钨、钠、锡、镍、硅量的测定

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、钼、铅、钨、钠、锡、镍、硅量的测定方法。

本标准适用于铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、钨、钠、锡、镍、硅量的测定，测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
| Be | 0.0005～0.010 | Cu | 0.0005～0.010 |
| Mg | 0.0001～0.010 | Zn | 0.0001～0.0060 |
| Al | 0.0001～0.0020 | Mo | 0.0005～0.010 |
| K | 0.0001～0.0070 | Pb | 0.0001～0.010 |
| Ca | 0.0005～0.010 | W | 0.0001～0.010 |
| Ti | 0.0001～0.0080 | Na | 0.0001～0.010 |
| Cr | 0.0001～0.020 | Sn | 0.0005～0.010 |
| Mn | 0.0001～0.010 | Ni | 0.0001～0.010 |
| Fe | 0.0001～0.0080 | Si | 0.0005～0.010 |
| Co | 0.0004～0.010 |  |  |

2 方法提要

试料用硝酸和硫酸溶解，钨和硅的测定试料用高温灼烧，在稀硝酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定各被测元素的质量分数。

3 试剂

3.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和和电阻率≥18MΩ.cm的一级水。

3.2 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

3.3 硝酸（ρ=1.42g/mL）。

3.4 硫酸（ρ=1.84g/mL）。

3.5 氢氟酸：经恒沸蒸馏提纯或优级纯以上纯度。

3.6 盐酸溶液（1+9）。

3.7 硝酸溶液（1+1）。

3.8 氢氟酸溶液（1+7）。

3.9 混合酸：3体积的盐酸（3.2）与1体积的硝酸（3.3）混匀，用时配制。

3.10 混合酸：1体积硫酸（3.4）缓缓倒入1体积硝酸（3.3）中，混匀。

3.11 氢氧化钠：优级纯。

3.12 铍标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铍（质量分数≥99.99%）于100mL玻璃烧杯中，加入10mL盐酸（3.2）及少量水，缓缓加热至溶解，冷却后移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液lmL含1000µg铍。

3.13 镁标准贮存溶液：称取0.1658g于800℃～850 ℃灼烧至恒重的高纯氧化镁，溶于2.5mL盐酸（3.2）及少量水中，移入100mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg镁。

3.14 铝标准贮存溶液：称取0.5000g金属铝（质量分数≥99.99%），置于100mL玻璃烧杯中，加入20mL混合酸（3.9），盖上表皿低温溶解，加入10mL盐酸（3.2），加热至溶液低于20mL，冷却后移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铝。

3.15 钛标准贮存溶液：称取0.5000g金属钛（质量分数≥99.99%），加入50mL水，在搅拌及冷却下缓慢加入5mL硫酸（3.4），加热溶解并蒸至三氧化硫白烟冒尽，加入10 mL混合酸（3.9），盖上表面皿，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钛。

3.16 铬标准贮存溶液：称取0.2829g重铬酸钾（基准试剂），溶于50mL水中，移入100mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铬。

3.17 锰标准贮存溶液：称取0.5000g金属锰（质量分数≥99.99%）, 置于200mL玻璃烧杯中，加入50 mL硝酸（3.3），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg锰。

3.18 铁标准贮存溶液：称取0.5000g金属铁（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，缓慢加入40mL硝酸（3.7），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铁。

3.19 钴标准贮存溶液：称取0.5000g金属钴（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，加入50 mL硝酸（3.3），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钴。

3.20 铜标准贮存溶液：称取0.5000g金属铜（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，缓慢加入40mL硝酸（3.3），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铜。

3.21 锌标准贮存溶液：称取0.5000g金属锌（质量分数≥99.99%）, 置于200mL玻璃烧杯中，加入50 mL硝酸（3.3），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg锌。

3.22 钼标准贮存溶液：称取0.5000g金属钼（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，溶于25mL硝酸（3.3）及25mL水中，盖上表皿，缓慢加热溶解，冷却后移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钼。

3.23 铅标准贮存溶液：称取0.5000g金属铅（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，溶于25mL硝酸（3.3）及25mL水中，盖上表皿，缓慢加热溶解，冷却后移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铅。

3.24 锡标准贮存溶液：称取0.5000g高纯金属锡（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，加50mL盐酸（3.2）溶解，然后用水移入500mL玻璃容量瓶中，补加50mL盐酸（3.2）并稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg锡。

3.25 镍标准贮存溶液：称取0.5000g金属镍（质量分数≥99.99%），置于200mL玻璃烧杯中，溶于25mL硝酸（3.3）及25mL水中，缓慢加热溶解，冷却后移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg镍。

3.26 钾标准贮存溶液：称取0.1907g于500℃～600℃灼烧至恒重的氯化钾（基准试剂），溶于50mL水，移入100mL聚四氟乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钾。

3.27 钠标准贮存溶液：称取0.2542g于500℃～600℃灼烧至恒重的氯化钠（基准试剂），溶于50mL水，移入100mL聚四氟乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钠。贮存于聚乙烯瓶中。

3.28 钙标准贮存溶液：称取0.2497g于105℃～110℃干燥至恒重的碳酸钙（基准试剂）于100mL烧杯中，加入9mL水于1mL盐酸（3.2）使其溶解，移入100mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钙。

3.29 钨标准贮存溶液：称取0.6469g预先在100～110℃干燥至恒重的三氧化钨（基准试剂），置于200mL聚乙烯烧杯中，加入4g氢氧化钠（3.11）与20mL水，盖上表面皿，低温加热使三氧化钨溶解，冷却后移入500mL聚乙烯容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg钨。贮存于聚乙烯瓶中。

3.30 硅标准贮存溶液：称取0.5000g单质硅（质量分数≥99.99%），置于200mL聚乙烯烧杯中，加入50ml水，10g氢氧化钠（3.11），盖上表面皿，低温加热溶解，冷却后移入500mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg硅。贮存于聚乙烯瓶中。

3.31 混合标准溶液A：分别移取5.00mL标准贮存溶液（3.12 ~ 3.25）于250mL玻璃容量瓶中，加入5mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1mL含20µg铍、镁、铝、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、锡和镍。

3.32 混合标准溶液B：分别移取5.00mL标准贮存溶液（3.26 ~ 3.28）于250mL聚四氟乙烯容量瓶中，加入5mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1mL含20µg钾、钠和钙。

3.33 混合标准溶液C：分别移取5.00mL标准贮存溶液（3.29 ~ 3.30）于250mL聚四氟乙烯容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1mL含20µg钨和硅。

4 仪器

4.1 电热板：室温～400℃可调，±2℃。

4.2 马弗炉：室温～800℃可调，±5℃。

4.3 电子天平：万分之一。

4.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（工作参数见附录A）。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——光源：氩气等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30kW。

——分辨率：200nm时光学分辨率不大于0.010nm；400nm时光学分辨率不大于0.020nm。

——仪器稳定性：仪器1h内稳定性（RSD）不大于2.0%。

5 试样

5.1 样品粒度应不大于100μm。

5.2 样品应在100 ℃～105 ℃烘干1 h后置于干燥器中冷却至室温，用时现称。

6 分析步骤

6.1 试料

称取2.0g试样，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

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 铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、钠、锡和镍的测定

6.4.1.1 将试料（6.1）置于100mL石英烧杯中，加入4ml水与2mL硝酸（3.3），盖上表面皿，于250℃电热板（4.1）上加热使其溶解。

6.4.1.2 取下稍冷，沿烧杯槽口缓慢加入3 mL硫酸（3.4），取下表面皿，置于400℃电热板上，加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽并伴有粘稠状黑色残渣，直至黑色固体残渣出现。

6.4.1.3 取下冷却，沿烧杯四周缓慢滴加2mL混合酸（3.10），继续置于400℃电热板加热蒸发至黑色固体残渣出现，重复（约3次，前两次各2mL混合酸（3.10），第三次1mL混合酸（3.10））此操作至无黑色固体残渣。

6.4.1.4 冷却后，用少量水冲洗杯壁，加入1mL硝酸（3.3），加热使可溶性盐类溶解，冷却后移入50 mL聚乙烯容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。待测。

6.4.2 钨和硅的测定

6.4.2.1 将试料（6.1）置于50 mL铂坩埚中。

6.4.2.2 将铂坩埚放入马弗炉（4.2）中，半掩炉门，按表2程序进行灼烧。

表2 灼烧升温程序

|  |  |
| --- | --- |
| 升温时长/min | 温度/℃ |
| 30 | 室温～350 |
| 80 | 350～400 |

6.4.2.3 灼烧完毕，将铂坩埚冷却至室温，加入20mL盐酸溶液（3.6）与1mL氢氟酸（3.8）。

6.4.2.4 将铂坩埚置于电热板上加热至溶液微沸，保持5分钟取下。

6.4.2.5 冷却后移入50 mL聚乙烯容量瓶中，用水冲洗坩埚壁，稀释至刻度，混匀。待测。

6.4.3 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，用配制好的系列标准溶液进行校准标准工作曲线，各元素工作曲线的相关系数应不小于0.9995，否则需重新配制系列标准溶液进行标准化。

6.4.4 测定试液及随同空白试液中被测元素的谱线强度，仪器根据标准工作曲线自动进行数据处理，计算并输出各元素的质量分数。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铍、镁、铝、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、锡和镍工作曲线的绘制

分别移取0mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 混合标准溶液A，于一组100 mL玻璃容量瓶中，加入5mL硝酸（3.3），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。

6.5.2 钠、钾、钙工作曲线的绘制

分别移取0mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 混合标准溶液B，于一组100mL聚四氟乙烯容量瓶中，加入5mL硝酸（3.3），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。

6.5.3 钨、硅工作曲线的绘制

分别移取0mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 混合标准溶液C，于一组100mL聚乙烯容量瓶中，加入5mL硝酸（3.3），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 分析结果计算

按式（1）计算被测元素的质量分数以(x），数值以%表示：



……………………………（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（µg/mL）；

*ρ0*—仪器测得空白试液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/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四位。

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）的情况下应不超过5%。重复性限（r）按表3数据采用内线性内插法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Be | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Mg | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Al | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| K | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Ca | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Ti | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Cr | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Mn | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Fe | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Co | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Cu | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Zn | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Mo | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Pb | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Na | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Sn | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Ni | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| W | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |
| Si | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |

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值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况下不超过5%。再现性限（R）按表3数据采用内线性内插法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Be | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Mg | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Al | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| K | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Ca | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Ti | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Cr | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Mn | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Fe | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Co | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Cu | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Zn | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Mo | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Pb | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Na | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Sn | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Ni | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| W | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |
| Si | 质量分数/ % |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——使用的标准；

——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。

附 录 A

（资料性附录）

仪器工作条件

电感耦合等离子体发射光谱仪测定铼酸铵中铼酸铵中铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、钨、钠、锡、镍、硅量参照表A.1和表A.2的仪器工作条件。

表A.1仪器工作参数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 观测方式 | 发射器功率  kW | 载气流量  L/min | 雾化器流量  L/min | 辅助气流量  L/min |
| 轴向 | 1.30 | 1.50 | 0.80 | 0.2 |

表A.2 元素谱线

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 检测波长/nm | 元素 | 检测波长/nm | 元素 | 检测波长/nm |
| Be | 313.042 | Mn | 259.372 | W | 224.876 |
| Mg | 280.271 | Fe | 239.562 | Na | 589.592 |
| Al | 394.401 | Co | 230.786 | Sn | 189.927 |
| K | 766.490 | Cu | 327.393 | Ni | 231.604 |
| Ca | 317.933 | Zn | 213.857 | Si | 251.611 |
| Ti | 337.279 | Mo | 203.845 |  |  |
| Cr | 205.560 | Pb | 217.000 |  |  |