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

Method 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 contents-

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(预审稿)

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YS/T 833—2012相比，除编辑性修改外，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；

——优化了试料溶解条件；

——增加了钨和硅高温灼烧—酸溶解方法。

 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 | 0.0005～0.010 |
| 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

铍、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、钠、锡、镍的测定：试料用硝酸和硫酸溶解；钨和硅的测定，试料用高温灼烧后，用盐酸和氢氟酸溶解残渣，在酸性介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定各被测元素的含量。

3 试剂

3.1 除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯的试剂或更高纯度的试剂和一级水。

3.2 氢氧化钠。

3.3 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

3.4 硝酸（ρ=1.42g/mL）。

3.5 硫酸（ρ=1.84g/mL）。

3.6 氢氟酸：经恒沸蒸馏提纯或优级纯以上纯度。

3.7 盐酸（1+9）。

3.8 硝酸（1+1）。

3.9 硫酸（1+1）。

3.10 氢氟酸（1+7）。

3.11 混合酸A：3体积的盐酸（3.3）与1体积的硝酸（3.4）混匀，用时配制。

3.12 混合酸B：1体积硫酸（3.5）缓缓倒入1体积硝酸（3.4）中，混匀。

3.13 铍标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铍（*w*Be≥99.99%）于100 mL玻璃烧杯中，加入10 mL盐酸（3.3）及少量水，缓缓加热至溶解，冷却后移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液l mL含1000 µg铍。

3.14 镁标准贮存溶液：称取0.1658 g于800 ℃～850 ℃灼烧至恒重的高纯氧化镁于100 mL玻璃烧杯中，加入2.5 mL盐酸（3.3）及少量水中，移入100 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg镁。

3.15 铝标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铝（*w*Al≥99.99%）于100 mL玻璃烧杯中，加入20 mL混合酸A（3.10），低温加热溶解，加入10 mL盐酸（3.3），加热至溶液体积低于20 mL，冷却后移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg铝。

3.16 钛标准贮存溶液：称取0.5000 g金属钛（*w*Ti≥99.99%），加入50 mL水，在搅拌及冷却下缓慢加入5 mL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A（3.10），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500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钛。

3.17 铬标准贮存溶液：称取0.2829 g重铬酸钾（基准试剂）于100 mL玻璃烧杯中，加入50 mL水使其溶解，移入100 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg铬。

3.18 锰标准贮存溶液：称取0.5000 g金属锰（*w*Mn≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入50 mL硝酸（3.4），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg锰。

3.19 铁标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铁（*w*Fe≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入40 mL硝酸（3.8），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg铁。

3.20 钴标准贮存溶液：称取0.5000 g金属钴（*w*Co≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入50 mL硝酸（3.4），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钴。

3.21 铜标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铜（*w*Cu≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入40 mL硝酸（3.4），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg铜。

3.22 锌标准贮存溶液：称取0.5000 g金属锌（*w*Zn≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入50 mL硝酸（3.4），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg锌。

3.23 钼标准贮存溶液：称取1.5000 g三氧化钼（*w*Al≥99.99%）于300 mL聚乙烯烧杯中，加入20 mL氢氧化钠（200 g/L）使其溶解，移入1000 mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钼。

3.24 铅标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铅（*w*Pb≥99.99%），置于200 mL玻璃烧杯中，溶于25 mL硝酸（3.4）及25 mL水中，低温加热使其溶解，冷却后移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg铅。

3.25 锡标准贮存溶液：称取0.5000 g高纯金属锡（*w*Sn≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入50 mL盐酸（3.3）使其溶解，移入500 mL玻璃容量瓶中，补加50 mL盐酸（3.3），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg锡。

3.26 镍标准贮存溶液：称取0.5000 g金属镍（*w*Ni≥99.99%）于200 mL玻璃烧杯中，加入25 mL硝酸（3.4）及25 mL水中，低温加热使其溶解，取下，冷却，移入500 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg镍。

3.27 钾标准贮存溶液：称取0.1907 g于500 ℃～600 ℃灼烧至恒重的氯化钾（基准试剂）于200 mL玻璃烧杯中，加入50 mL水，移入100 mL聚四氟乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钾。

3.28 钠标准贮存溶液：称取0.2542 g于500 ℃～600 ℃灼烧至恒重的氯化钠（基准试剂）于200 mL玻璃烧杯中，加入50 mL水，移入100 mL聚四氟乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钠。

3.29 钙标准贮存溶液：称取0.2497 g于105 ℃～110 ℃干燥至恒重的碳酸钙（基准试剂）于100 mL烧杯，加入9 mL水和1 mL盐酸（3.3）使其溶解，移入100 mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钙。

3.30 钨标准贮存溶液：称取0.6469 g预先在100 ℃～110 ℃干燥至恒重的三氧化钨（基准试剂），置于200 mL聚乙烯烧杯中，加入4 g氢氧化钠（3.1）与20 mL水，低温加热使其溶解，取下，冷却，移入500 mL聚乙烯容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg钨。

3.31 硅标准贮存溶液：称取0.5000 g单质硅（*w*Si≥99.99%），置于200 mL聚乙烯烧杯中，加入50 ml水，10 g氢氧化钠（3.1），低温加热溶解，取下，冷却，移入500 mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1000 µg硅。

3.32 混合标准溶液A：分别移取5.00 mL标准贮存溶液（3.13 ~ 3.26）于250 mL玻璃容量瓶中，加入5 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1 mL含20 µg铍、镁、铝、钛、铬、锰、铁、钴、铜、锌、钼、铅、锡和镍。

3.33 混合标准溶液B：分别移取5.00 mL标准贮存溶液（3.27 ~ 3.29）于250 mL聚四氟乙烯容量瓶中，加入5 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1 mL含20 µg钾、钠和钙。

3.34 混合标准溶液C：分别移取5.00 mL标准贮存溶液（3.23 ~ 3.31）于250 mL聚四氟乙烯容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1 mL含20 µg钨和硅。

4 仪器

4.1 电子天平：感量0.0001g。

4.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。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1.30 kW。

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

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用1 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

各元素分析线选择见表2。

**表2 测定元素分析线**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |  |  |

5 试样

5.1 试样粒度应不大于100 μm。

5.2 试样应在100 ℃～105 ℃烘干1 h，置于干燥器中，冷却至室温，用时现称。

6 试验步骤

6.1 试料

称取两份2.0 g试样，精确至0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，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100 mL石英烧杯中，用少量水润湿，加入2 mL硝酸（3.4），盖上表面皿，低温加热至溶解完全。

6.4.1.2 取下稍冷，沿烧杯壁缓慢加入6 mL硫酸（3.9），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2 mL混合酸B（3.12），继续加热蒸发至黑色固体残渣出现，重复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（3.4），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，摇匀。

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中，半掩炉门，按表3程序进行灼烧至无黑色残渣。

表3 灼烧升温程序

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

6.4.2.3 灼烧完毕后，将铂坩埚冷却至室温，加入20 mL盐酸溶液（3.7）与1 mL氢氟酸（3.10）。

6.4.2.4 将铂坩埚加热至溶液微沸，直至残渣溶解完全。

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，摇匀。

6.4.3 采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的最佳仪器工作条件下，按选定的各元素的波长，测定各元素发射强度，减去试料空白试验溶液的强度，在工作曲线上计算各元素的含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取0 mL、0.20 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL 混合标准溶液A（3.32）、B（3.33）、C（3.34）于三组100 mL玻璃容量瓶中，a、b组加入5mL硝酸（3.4），c组加入5mL盐酸（3.3）用水稀释至刻度，摇匀，配制成表4所示的标准级差溶液。

表4 杂质元素标准级差溶液浓度 微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 元素 | Std-0 | Std-1 | Std-2 | Std-3 | Std-4 | Std-5 | Std-6 |
| a | Be、Mg、Al、Ti、Cr、Mn、Fe、Co、Cu、Zn、Mo、Pb、Sn、Ni | 0 | 0.04 | 0.4 | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 8.0 |
| b | Na、K、Ca | 0 | 0.04 | 0.4 | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 8.0 |
| c | Si、W | 0 | 0.04 | 0.4 | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 8.0 |

6.5.2 在与测量试料溶液相同条件下，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的最佳仪器工作条件下，按选定的各元素的波长，测定各元素发射强度，减去标准溶液中“零”浓度溶液的强度，以各元素浓度为横坐标，测定强度值为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线方程的相关系数不小于0.9995。

7 试验数据处理

 待测元素的质量分数*w*X按公式（1）计算：

……………………………（1）

式中：

*ρ*—自工作曲线上查得试料中杂质元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0*—自工作曲线上查得空白试料中杂质元素的浓度，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）。

计算结果表示到小数点后四位。

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5数据采用内线性内插法求得。

表5 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Be/ % | 0.00050 | 0.00078 | 0.0071 |
| *r*/% | 0.00020 | 0.00030 | 0.0005 |
| *w*Mg/ % | 0.00015 | 0.00042 | 0.0077 |
| *r*/% | 0.00006 | 0.00030 | 0.0006 |
| *w*Al/ % | 0.00020 | 0.00104 | 0.0015 |
|  *r*/% | 0.00008 | 0.00040 | 0.0006 |
| *w*K/ % | 0.00025 | 0.00074 | 0.0061 |
| *r*/% | 0.00010 | 0.00030 | 0.0008 |
| *w*Ca/ % | 0.00015 | 0.00071 | 0.0072 |
| *r*/% | 0.00006 | 0.00040 | 0.0004 |
| *w*Ti/ % | 0.00025 | 0.00073 | 0.0057 |
| *r*/% | 0.00009 | 0.00020 | 0.0006 |
| *w*Cr/ % | 0.00020 | 0.00072 | 0.0132 |
| *r*/% | 0.00008 | 0.00030 | 0.0015 |
| *w*Mn/ % | 0.00015 | 0.00039 | 0.0081 |
| *r*/% | 0.00007 | 0.00009 | 0.0007 |
| *w*Fe/ % | 0.00013 | 0.00151 | 0.0083 |
| *r*/% | 0.00005 | 0.0004 | 0.0006 |
| *w*Co/ % | 0.00040 | 0.0035 | 0.0081 |
| *r*/% | 0.00010 | 0.00050 | 0.0008 |
| *w*Cu/ % | 0.00056 | 0.00078 | 0.0083 |
| *r*/% | 0.00010 | 0.00015 | 0.0004 |
| *w*Zn/ % | 0.00016 | 0.00038 | 0.0043 |
| *r*/% | 0.00006 | 0.00008 | 0.0003 |
| *w*Mo/ % | 0.00068 | 0.00119 | 0.0086 |
| *r*/% | 0.00010 | 0.0004 | 0.0007 |
| *w*Pb/ % | 0.00015 | 0.00080 | 0.0092 |
| *r*/% | 0.00006 | 0.00030 | 0.0008 |
| *w*Na/ % | 0.00010 | 0.00318 | 0.0478 |
| *r*/% | 0.00004 | 0.0002 | 0.0025 |
| *w*Sn/ % | 0.00050 | 0.00250 | 0.0070 |
| *r*/% | 0.0001 | 0.0004 | 0.0005 |
| *w*Ni/ % | 0.00013 | 0.00035 | 0.0084 |
| *r*/% | 0.00004 | 0.0001 | 0.0005 |
| *w*W/ % | 0.00055 | 0.00080 | 0.0077 |
| *r*/% | 0.00010 | 0.00030 | 0.0007 |
| *w*Si/ % | 0.00025 | 0.00116 | 0.0076 |
| *r*/% | 0.00008 | 0.0003 | 0.0006 |

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6数据采用内线性内插法求得。

表6 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Be/ % | 0.00050 | 0.00078 | 0.0071 |
| *R*/% | 0.00025 | 0.00040 | 0.0006 |
| *w*Mg/ % | 0.00015 | 0.00042 | 0.0077 |
| *R*/% | 0.00008 | 0.00040 | 0.0007 |
| *w*Al/ % | 0.00020 | 0.00104 | 0.0015 |
| *R*/% | 0.00009 | 0.00045 | 0.0008 |
| *w*K/ % | 0.00025 | 0.00074 | 0.0061 |
| *R*/% | 0.00015 | 0.00040 | 0.0010 |
| *w*Ca/ % | 0.00015 | 0.00071 | 0.0072 |
| *R*/% | 0.00008 | 0.00060 | 0.0006 |
| *w*Ti/ % | 0.00025 | 0.00073 | 0.0057 |
| *R*/% | 0.00010 | 0.00030 | 0.0007 |
| *w*Cr/ % | 0.00020 | 0.00072 | 0.0132 |
| *R*/% | 0.00010 | 0.00035 | 0.0020 |
| *w*Mn/ % | 0.00015 | 0.00039 | 0.0081 |
| *R*/% | 0.00009 | 0.00010 | 0.0009 |
| *w*Fe/ % | 0.00013 | 0.00151 | 0.0083 |
| *R*/% | 0.00008 | 0.0006 | 0.0009 |
| *w*Co/ % | 0.00040 | 0.0035 | 0.0081 |
| *R*/% | 0.00015 | 0.00060 | 0.0010 |
| *w*Cu/ % | 0.00056 | 0.00078 | 0.0083 |
| *R*/% | 0.00020 | 0.00025 | 0.0007 |
| *w*Zn/ % | 0.00016 | 0.00038 | 0.0043 |
| *R*/% | 0.00008 | 0.00010 | 0.0005 |
| *w*Mo/ % | 0.00068 | 0.00119 | 0.0086 |
| *R*/% | 0.00020 | 0.0006 | 0.0010 |
| *w*Pb/ % | 0.00015 | 0.00080 | 0.0092 |
| *R*/% | 0.00008 | 0.00040 | 0.0010 |
| *w*Na/ % | 0.00010 | 0.00318 | 0.0478 |
| *R*/% | 0.00006 | 0.00030 | 0.0030 |
| *w*Sn/ % | 0.00050 | 0.00250 | 0.0070 |
| *R*/% | 0.0002 | 0.0005 | 0.0009 |
| *w*Ni/ % | 0.00013 | 0.00035 | 0.0084 |
| *R*/% | 0.00006 | 0.00015 | 0.0007 |
| *w*W/ % | 0.00055 | 0.00080 | 0.0077 |
| *R*/% | 0.00015 | 0.00040 | 0.0010 |
| *w*Si/ % | 0.0005 | 0.00116 | 0.0076 |
| *R*/% | 0.00008 | 0.0004 | 0.0007 |

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——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。

——————————————