

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.4—20XX

钪化学分析方法
第4部分：氯量的测定

Methods for chemical analysis of hafnium—
Part 4: Determination of chloric content

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T ××××《钪化学分析方法》拟分为如下部分：

- 第1部分：铅量的测定；
- 第2部分：铀量的测定；
- 第3部分：硼量的测定；
- 第4部分：氯量的测定；
- 第5部分：镉量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硅量的测定；
- 第8部分：钠量的测定；
- 第9部分：氢量的测定；
- 第10部分：氧量、氮量的测定；
- 第11部分：碳量的测定；
- 第12部分：痕量杂质元素的测定。

本部分为YS/T ××××的第4部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、广东省工业分析检测中心、有研科技集团有限公司、宝钛集团有限公司、宁夏东方铝业股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、北矿检测技术有限公司。

本部分主要起草人：王金磊、×××、×××。

铅合金化学分析方法

第 4 部分：氯量的测定

1 范围

YS/T ××××的本部分规定了铅中氯含量的测定方法。

本部分适用于铅中氯含量的测定。测定范围：0.0010 % ~ 0.050 %。

2 原理

试料用氢氟酸-硝酸溶解，以硼酸饱和溶液络合氟离子。在硝酸介质中，氯离子与硝酸银生成氯化银悬浊液，以乙二醇作稳定剂，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氢氟酸 (ρ 1.13 g/mL)。

3.2 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硼酸饱和溶液，分析纯。

3.4 硝酸 (1+1)。

3.5 乙二醇。

3.6 硝酸银溶液 (5 g/L)，贮存于棕色瓶中。

3.7 氯标准贮存溶液：称取 0.1649 g 经 500 °C ~ 600 °C 灼烧 1 h 并冷却至室温的氯化钠 ($w_{\text{NaCl}} \geq 99.95\%$)，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 氯。

3.8 氯标准溶液：移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液 (3.7) 于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氯。

4 仪器设备

分光光度计。

5 样品

将样品加工成长度不大于 5mm 的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 样品 (5)，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 将试料（6.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以 5 mL 水润湿。加入 2 mL 氢氟酸（3.1），0.5 mL 硝酸（3.2），低温加热至试料溶解完全。冷却后加入 15 mL 硼酸饱和溶液（3.3），移入 50 mL 棕色容量瓶中。

6.4.2 加入 5 mL 硝酸（3.4），2 mL 乙二醇（3.5），充分混匀，加入 2.5 mL 硝酸银溶液（3.6），用水稀释至刻度，混匀。于 65 °C ± 5 °C 水浴放置 20 min，取出，冷却至室温。

6.4.3 移取部分溶液于 3 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 420 nm 处，测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的氯量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 氯标准溶液（3.8）分别置于一组 50 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至约 15 mL，以下按 6.4.2 条进行。

6.5.2 移取部分溶液于 3 cm 比色皿中，以工作曲线中零浓度溶液为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量吸光度。以氯量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 试验数据处理

氯含量以氯的质量分数 w_{Cl} 计，按式（1）计算：

$$w_{\text{Cl}} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的氯量，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。

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，在表 1 给出的平均值范围内，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 ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

氯的质量分数/%	0.0019	0.010	0.020	0.040
重复性限/%				

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）情况不超过 5%。再现性限（ R ）按表 2 数据采用线

性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

氯的质量分数/%	0.0019	0.010	0.020	0.040
再现性限/%				

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
 - 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - 结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-