

ICS 77.120.99

CCS H 63

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.9—202X

代替 YS/T 568.9—2008

氧化锆、氧化铪化学分析方法 第9部分：氧化铪中杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of zirconia oxide and hafnium oxide

Part 9: Determination of impurity elements contents in hafnium oxide

-Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry.

(讨论稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

>0.020-5.0	0.10	100
------------	------	-----

——修改溶样条件,将 8.4“可将试料至于高压罐中溶解”改为“可将试料至于微波消解仪中溶解”(见 8.4)

——修改 8.5 工作曲线的配制,工作曲线分段配制修改为待测元素的质量分数为 0.002%~0.1%, 0.1%~2.0%和 2.0%~5.0%三部分(见 8.5)。

——将精密度部分“重复性”和“允许差”的表示形式修改为“重复性”和“再现性”,并重新进行重复性限和再现性限的统计。(见 10)

——增加“试验报告”要求(见 11)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位:国标(北京)检验认证有限公司、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX。

本文件主要起草人:XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为:

——YS/T 568.9-2008、YS/T 568.9-2006。

引 言

氧化锆、氧化铪具有化学性质稳定、耐高温、抗腐蚀等优良特征，被广泛地应用于国防建设和国民经济建设中，在陶瓷、耐火材料、核工业等领域发挥重要作用。YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》系列标准旨在通过规定适用范围，规范试剂、材料及仪器设备并列详细试验步骤等建立一套完整且切实可行的氧化锆及氧化铪的化学分析方法，拟由13个部分构成。

- 第1部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 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 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第7部分：磷量的测定 锑盐-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、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱；
- 第9部分：氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆量的测定 电感耦合等离子体发射光谱；
- 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；
- 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。
- 第13部分：氧化铪中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、锆、铌、钼、镉、锡、锑、钽、钨、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

电感耦合等离子体发射光谱仪具有多元素同时测定、检出限低等优点，已广泛应用于有色金属及其化合物中痕量杂质元素的测定。本文件以氧化铪的生产及检测的实际需求为出发点，新增了钴、钽、硅和磷4个元素，并扩展了铁、钛2个元素的范围，规定了采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定氧化铪中16个杂质元素的分析方法，完善了YS/T568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》标准体系，有助于氧化铪产品质量的提升，对促进氧化铪产品的生产与贸易具有重要意义。

氧化锆、氧化钨化学分析方法

第9部分：氧化钨中杂质元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了氧化钨中铝、钙、钴、铁、镁、锰、钼、钠、镍、磷、硅、钽、钛、钒、锌、锆的测定方法。

本文件适用于氧化钨中铝、钙、钴、铁、镁、锰、钼、钠、镍、磷、硅、钽、钛、钒、锌、锆含量的测定。测定范围见表1

表1

元素	检测范围/%	元素	检测范围/%
Al	0.02-0.7	Ca	0.004-0.5
Co	0.002-0.02	Fe	0.004-2.0
Mg	0.004-1.0	Mn	0.004-0.5
Mo	0.004-1.0	Na	0.1-1.0
Ni	0.004-0.5	P	0.01-0.05
Si	0.05-1.0	Th	0.01-0.05
Ti	0.004-2.0	V	0.004-1.0
Zn	0.004-1.0	Zr	0.1-5.0

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试样用硝酸、氢氟酸分解，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定待测元素发射强度，按标准工作曲线法计算各元素的质量分数。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水（GB/T 6682，一级）。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.3 氢氟酸（ $\rho=1.13\text{ g/mL}$ ）。

5.4 高氯酸（ $\rho=1.67\text{ g/mL}$ ）。

5.5 标准贮存溶液：铝、钙、钴、铁、镁、锰、钼、钠、镍、磷、硅、钍、钛、钒、锌、锆采用有效期内证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为 $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

5.6 混合标准溶液A：分别移取 10.00 mL 铝、钴、铁、锰、钼、钠、镍、磷、硅、钛、钒、锌、锆标准贮存溶液（5.5）于 100 mL 塑料容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.2）和 2 mL 氢氟酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 铝、钴、铁、锰、钼、钠、镍、磷、硅、钛、钒、锌、锆。

5.7 混合标准溶液B：分别移取 10.00 mL 钙、镁标准贮存溶液（5.5）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 钙、镁。

5.8 钍标准溶液：分别移取 10.00 mL 钙钍标准贮存溶液（5.5）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 钍。

5.9 氩气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。

6 仪器

6.1 密闭加压微波消解装置：分为温度控制型和压力控制型，包括微波消解仪、氟塑料（如PTFE，PFA，TFM等）高压消解罐。温度控制型微波消解装置标称最高温度不低于 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；压力控制型微波消解装置标称最大压力不低于 10 MPa 。微波消解仪应有合格的安全保护装置和卸压装置。

6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，配备耐氢氟酸进样系统。在仪器最佳工作条件下，凡是达到下列指标者均可使用：

——光学分辨率在 200 nm 处不大于 0.01 nm ，

——精密度：用 1.00 mg/L 的铜标准溶液，连续10次测量标准溶液，计算10次测量值的相对标准偏差（RSD） $\leq 1.5\%$ 。

7 样品

样品为粉末状，储存于阴凉、干燥处。

8 试验步骤

8.1 试料

按照表2称取样品，精确至 0.0001 g 。

表2 试料量及定容体积

质量浓度/%	试料量/g	定容体积/mL
0.0020-0.020	0.50	100

>0.020-5.0	0.10	100
------------	------	-----

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1 此溶样方法适用于铝、钙、钴、铁、镁、锰、钼、钠、镍、钛、钒、锌、锆、磷、硅含量的测定
将试料（8.1）置于微波消解管中，吹少许水，加入 2mL 硝酸（5.2）和 2mL 氢氟酸（5.3），使其完全溶解，冷却，移入 100mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。

8.4.2 此溶样方法适用于钍含量的测定

将试料（8.1）置于微波消解管中，吹少许水，加入 2mL 硝酸（5.2）和 2mL 氢氟酸（5.3），使其完全溶解，冷却，将溶液移入聚四氟烧杯中加入 2mL 高氯酸（5.4），加热冒烟至溶液呈湿盐状，加 4mL 硝酸（5.2），10 mL 水，加热煮沸 20 min，取下冷却，移入 100mL 容量瓶中，以水定容，摇匀。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 标准曲线I—质量分数为 0.0020%~0.10%

于一组 100mL 容量瓶中，分别加入 0mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、1.20mL 混合标准溶液（5.6、5.7）于一系列 100mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸（5.2）和 2mL 氢氟酸（5.3），稀释至刻度，混匀。

于一组 100mL 容量瓶中，分别加入 0mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL 混合标准溶液（5.8）于一系列 100mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸（5.2），稀释至刻度，混匀。

8.5.2 标准曲线II—质量分数>0.10%~2.00%

于一组 100mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL、15.00mL、20.00mL（配 Ca 工作曲线时加入 0 mL、0.1mL、0.3mL、0.5mL）标准贮存溶液混合标准溶液（5.6、5.7），并加入 2 mL 硝酸（5.2）和 2mL 氢氟酸（5.3），稀释至刻度，混匀。

8.5.3 标准曲线III—质量分数>2.00%~5.00%

于一组 100mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钴标准储备液（5.5）加入 2 mL 硝酸（5.2）和 2mL 氢氟酸（5.3），稀释至刻度，混匀。

8.6 测定

8.6.1 按表 3 所示仪器的分析线，将系列标准溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，选择仪器合适的分析条件，在待测元素选定的波长处，测量系列标准溶液中各元素的强度，以浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.9995。

表 3 待测元素谱线选择

元素	谱线/nm	元素	谱线/nm
Al	394.40	Ca	393.36/396.84
Co	228.61/231.16	Fe	238.20/259.94

Mg	279.55	Mn	257.61
Mo	202.03/204.28	Na	589.59
Ni	230.29/231.60	P	213.61
Si	250.69/288.15	Th	318.01
Ti	334.18/337.28	V	292.40/309.31
Zn	206.20/213.85	Zr	339.19

备注：由于仪器不同，上述推荐用分析谱线不一定适用于所有仪器，因此，在实验中，需要根据所用仪器，选择合适的分析谱线。

8.6.2 依次测定空白溶液（8.3）及分析试液（8.4），软件自动进行数据处理，计算并输出空白溶液及分析试液中各杂质元素的质量浓度。

9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——定容体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试料的质量，单位为克（ g ）；

被测元素质量分数小于 1.00% 时，计算结果保留两位有效数字；被测元素质量分数大于 1.00% 时，计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 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3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 ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表 4 重复性限

元素								
$w/\%$								
$r/\%$								

10.2 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4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 ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表5 再现性限

元素								
$w/\%$								
$R/\%$								

11 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；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录A
(资料性)
精密度试验原始数据
