

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 574.5—2009
代替 YS/T 574.5—2006

电真空用锆粉化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法 测定钙、镁量

Methods for chemical analysis of zirconium powder for electro-vacuum uses—
Determination of calcium and magnesium content by
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 574《电真空用锆粉化学分析方法》分为八个部分：

- YS/T 574.1 电真空用锆粉化学分析方法 重量法测定总锆及活性锆量；
- YS/T 574.2 电真空用锆粉化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量；
- YS/T 574.3 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量；
- YS/T 574.4 电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量；
- YS/T 574.5 电真空用锆粉化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测钙、镁量；
- YS/T 574.6 电真空用锆粉化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝量；
- YS/T 574.7 电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝分光光度法测定硫量；
- YS/T 574.8 电真空用锆粉化学分析方法 惰性气氛加热热导法测定氢量。

本部分为 YS/T 574 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 574.5《电真空用锆粉化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙、镁》(原 GB/T 3256.5—1982)。

本部分与 YS/T 574.5—2006 相比主要变化如下：

- 采用电感耦合等离子体发射光谱法代替原来的原子吸收光谱法；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由西部金属材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中信锦州铁合金股份有限公司、西北有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：杨军红、禄妮、李波、翟通德。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 574.5—2006。

电真空用锆粉化学分析方法

电感耦合等离子体发射光谱法

测定钙、镁量

1 范围

本部分规定了电真空用锆粉中钙、镁含量的测定。

本部分适用于电真空用锆粉中钙、镁含量的测定。测定范围(质量分数): 镁 0.004%~1.00%、钙 0.003%~0.50%。

2 方法原理

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

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL),优级纯。

3.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.5 纯锆溶液:称取 0.10 g 高纯锆粉置于 100 mL 塑料烧杯中加入 5 mL 硝酸(3.1)和 3 mL 氢氟酸(3.2),加热至全部溶解,冷却。移入 250 mL 塑料容量瓶中,以水定容,摇匀。

3.6 钙标准贮存溶液:称取 2.497 1 g 预先在 105 °C~110 °C 干燥至恒量的碳酸钙(基准试剂)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,然后滴加盐酸(1+1)至完全溶解,再加入 10 mL 盐酸(3.4),煮沸除去二氧化碳,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

3.7 镁标准贮存溶液:分别称取 1.000 0 g 纯镁($w \geq 99.99\%$)于一组 200 mL 烧杯中,分别加入 15 mL 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 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

3.8 钙、镁标准溶液:分别移取 10.00 mL 钙、镁标准贮存溶液于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 硝酸(1+1),以水稀释至刻度,混匀。上述溶液 1 mL 分别含有 100 μ g 钙、镁。

4 仪器

电感耦合等离子发射光谱仪。

测定条件:

功率(W):1 150

雾化压力(psi):27

辅助气(lpm):0.5

泵速(rpm):100

长波积分时间(s):20

短波积分时间(s):5

观测方式:Axial view(水平观测)

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。