

前 言

试样经过除铋,加入磺基水杨酸消除铍对镁的干扰,加入氯化钙消除硅对锰的干扰。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所提出并归口。

本标准由西北稀有金属材料研究院负责起草。

本标准主要起草人:杨 洲、陈 锐、侯学娟、白英丽、张红梅。

中华人民共和国有色金属行业标准

锑铍芯块化学分析方法 原子吸收光谱法测定铅、铁、锰、镁量

YS/T 426.4—2000

Method for chemical analysis of antimony-beryllium pellets
—Determination of lead, iron, manganese, magnesium contents
—Atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了锑铍芯块中铅、铁、锰、镁量的测定方法。

本标准适用于锑铍芯块半成品和成品中铅、铁、锰和镁量的测定。测定范围：Pb 0.005 0%~0.20%、Fe 0.005 0%~0.20%、Mn 0.001 0%~0.20%、Mg 0.002 0%~0.10%。

2 方法提要

试剂用盐酸和硝酸溶解蒸干后，重复加氢溴酸挥发除锑。在稀硝酸介质中，分别于原子吸收光谱仪 283.3 nm、248.3 nm、279.5 nm、285.2 nm，以空气-乙炔火焰，测量铅、铁、锰、镁的吸光度。

3 试剂

制备溶液及分析用水均为二级水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.3 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)，优级纯。

3.4 碘基水杨酸溶液(100 g/L)。

3.5 氯化钙溶液(20 g/L)，优级纯。

3.6 铅、铁、锰、镁标准贮存溶液：称取铅(99.99%)、铁(99.99%)、锰(99.99%)、镁(99.99%)各 0.500 0 g，分别置于 4 个 200 mL 烧杯中，各加入 20 mL 硝酸(1+1)，微热溶解完全，煮沸驱除氯化物，冷却。分别移入 4 个 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 1 000 μ g 铅、铁、锰、镁。

3.7 铅、铁、锰、镁标准溶液：各移取 10.00 mL 铅、铁、锰、镁标准贮存溶液(3.6)，分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中，各加入 5 mL 盐酸(3.1)，稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 分别含 100 μ g 铅、铁、锰、镁。

3.8 镁标准溶液：移取 10.00 mL 镁标准溶液(3.7)，置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.1)，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附有铅、铁、锰和镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用，仪器的工作条件见附录 A (提示的附录)。

灵敏度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铅、铁、锰和镁的特征浓度应分别不大于 0.19、

0.039、0.03、0.002 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

工作曲线的线性:将工作曲线按浓度分成五段,最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比应不小于 0.7。

精密度的测量:测量最高浓度的标准溶液的吸光度 10 次,其标准偏差不得超过平均吸光度的 1.0%;测量最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)的吸光度 10 次,其标准偏差应不超过最高浓度的标准溶液平均吸光度的 0.5%。

5 试样

样品经破碎,在 105~110°C 烘干 1 h。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

元素	元素含量, %	试样量, g	试样总体积, mL	分取试液体积, mL	被测溶液总体积, mL
Pb	0.005~0.10	0.250 0	50	—	50
	>0.10~0.20	0.250 0	50	5.00	10
Fe	0.005~0.10	0.250 0	50	—	50
	>0.10~0.20	0.250 0	50	5.00	10
Mn	0.001~0.10	0.250 0	50	5.00	10
	>0.10~0.20	0.250 0	50	2.00	10
Mg	0.002~0.02	0.250 0	50	5.00	10
	>0.02~0.10	0.250 0	50	2.00	25

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 试料的溶解

6.3.1 将试料(6.1)置于预先烘干过的 150 mL 烧杯中,分次加入 4 mL 盐酸(3.1),待剧烈反应过后,加入 1 mL 硝酸(3.2)。加热至溶解完全并蒸发至近干。冷却。加入 1 mL 盐酸(3.1),微热溶解盐类。加入 4 mL 氢溴酸(3.3),剧烈反应后,蒸发至近干,稍冷。加入 4 mL 盐酸(3.1)微热溶解盐类,加入 5 mL 氢溴酸(3.3),蒸发至干。如此重复操作一次,稍冷。加入 4 mL 盐酸(3.1),蒸发至干。

6.3.2 加入 2.5 mL 硝酸(3.2),10 mL 水,加热溶解盐类,冷却。将溶液移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 测定

6.3.3.1 铅和铁的测定

按表 1 分取试液,置于 50 mL(或 10 mL)容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。与系列标准溶液同时在原子吸收光谱仪上,按附录 A 的工作条件,以水调零,分别测量试液中铅和铁的吸光度,从各自的工作曲线上查出相应的铅和铁的浓度。

6.3.3.2 锰的测定

按表 1 分取试液,置于 10 mL 容量瓶中,加入 1.00 mL 氯化钙溶液(3.5)和 0.5 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。与系列标准溶液同时在原子吸收光谱仪上,按附录 A 仪器的工作条件,以水调零,

测量试液中锰的吸光度,从工作曲线上查出锰的浓度。

6.3.3 镁的测定

按表1分取试液,置于10 mL(或25 mL)容量瓶中,加入2.00 mL(或5.00 mL)磺基水杨酸溶液(3.4)和0.5 mL(或1.25 mL)硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。与系列标准溶液同时在原子吸收光谱仪上,按附录A仪器工作条件,以水调零,测量试液中镁的吸光度,从工作曲线上查出镁的浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 铅和铁工作曲线的绘制:分别移取0、2.00、4.00、6.00、8.00 mL 铅、铁标准溶液(3.7),置于一组100 mL 容量瓶中,各加入5 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,按附录A仪器工作条件,以水调零,分别测量铅和铁的吸光度,绘制铅和铁的工作曲线。

6.4.2 锰的工作曲线绘制:移取0、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 锰标准溶液(3.7)置于一组100 mL 容量瓶中,各加入5 mL 硝酸(3.2)和10.00 mL 氯化钙溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,按附录A仪器工作条件,以水调零,测量锰的吸光度,绘制锰的工作曲线。

6.4.3 镁的工作曲线的绘制:移取0、1.00、2.00、4.00、6.00 mL 的镁标准溶液(3.8)置于一组100 mL 容量瓶中,各加入5 mL 硝酸(3.2)和20.00 mL 磺基水杨酸溶液(3.4),以水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,按附录A仪器工作条件,以水调零,测定镁的吸光度,绘制镁的工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铅、铁、锰和镁的百分含量:

$$x(\%) = \frac{(c_1 - c_0)V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: x ——被测元素;

c_1 ——分别从工作曲线上查出的铅、铁、锰、镁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_0 ——从工作曲线上查出的被测元素空白溶液的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_2 ——被测试液体积, mL;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若被测元素含量小于0.10%时,表示至三位小数;小于0.010%时,表示至四位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

被测元素含量		允许差
Pb、Fe	0.005 0~0.020	0.001 0
	>0.020~0.030	0.003
	>0.030~0.050	0.005
	>0.050~0.20	0.010
Mg	0.001 0~0.010	0.002 0
	>0.010~0.025	0.004
	>0.025~0.050	0.006
	>0.050~0.10	0.010

表 2 (完)

%

被测元素含量		允许差
Mn	0.002 0~0.0050	0.001 0
	>0.005 0~0.010	0.001 5
	>0.010~0.040	0.002
	>0.040~0.10	0.005

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

原子吸收光谱仪工作条件如表 A1:

表 A1

参数 元素	波长 nm	光谱通带 nm	灯电流 mA	乙炔:空气 (显示值)	雾化条件
Pb	283.3	0.7	6	15:30	10 cm 单缝燃烧头, 带撞击球的预混合 型同心圆气雾化 器
Fe	248.3	0.7	15	15:30	
Mn	279.5	0.7	10	15:30	
Mg	285.2	0.7	5	15:30	