

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 325.4—2009
代替 YS/T 325—1994

镍铜合金化学分析方法 第4部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of nickel-copper alloy—
Part 4: Determination of manganese content—
The flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 7530-6:1990, Nickel alloy—
Flame atomic absorption spectrometric analysis—
Part 6: Determination of manganese content, MOD)

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 325—2009《镍铜合金化学分析方法》共有 6 部分。

- 第 1 部分:镍量的测定 Na₂EDTA 滴定法
- 第 2 部分:铜量的测定 电解重量法
- 第 3 部分:铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 4 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分:铝量的测定 Na₂EDTA 滴定法
- 第 6 部分:钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

本部分为 YS/T 325 的第 4 部分。

本部分修改采用 ISO 7530-6:1990《镍合金 火焰原子吸收光谱法 第 6 部分:锰量的测定》,在主要技术内容上与 ISO 7530-6:1990 相同,编写结构不完全对应。具体技术性差异见附录 A、附录 B。

本部分代替 YS/T 325—1994《镍铜合金(NCu28-2.5-1.5)化学分析方法》中锰量的测定。

本部分与 YS/T 325—1994 相比,主要变动如下:

- 改变了测定方法,由硫酸亚铁铵滴定法修改为火焰原子吸收光谱法。
- 增加了“范围”“方法提要”“仪器”的内容和要求。
- 补充了质量保证与控制条款,增加了精密度条款。

本部分附录 A、附录 B 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:中铝沈阳有色金属加工有限公司。

本部分参加起草单位:高新张铜股份有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:李雅民、张皓、刘霞、王丽、郭敏、戴凤英、黄晶、黄葡英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 596—65、YS/T 325—1994。

镍铜合金化学分析方法

第4部分:锰量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 325 的本部分规定了镍铜合金中锰含量的测定方法。

本部分适用于镍铜合金中锰含量的测定。测定范围:0.10%~4.00%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解后,蒸干。加入盐酸去除硝酸。在盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处测量锰的吸光度。加入铯盐消除镍、钛、硅元素的干扰(合金中存在的其他元素不干扰测定)。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(300 g/L)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 氯化铯溶液:将 15.2 g 六水合氯化铯($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)移入 200 mL 的烧杯中,在 100 mL 热水(50 °C~60 °C)中溶解。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度并混匀。

3.6 锰标准贮存溶液:称取 1.000 g 金属锰(锰的质量分数 \geq 99.95%)置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.4)和 2 mL 硝酸(ρ 1.41 g/mL),加热溶解完全,缓慢加入 0.5 mL 过氧化氢(3.2),冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.7 锰标准溶液:移取 50.00 mL 锰标准贮存溶液(3.6)置于 500 mL 容量瓶,加入 25 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锰。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附锰空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,锰的特征浓度应不大于 0.10 μ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,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%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比,应不小于 0.7。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(m_0),精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量及分取试料体积

锰的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.10~0.40	0.200	100	全量
>0.40~1.50	0.250	100	20.00
>1.50~4.00	0.200	100	10.00

6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.3),加热至试料完全溶解。

6.4.2 用低温蒸发至近干,冷却至大约 50 °C,加入 15 mL 盐酸(3.1),再次低温蒸发至近干。再加入 15 mL 盐酸(3.1),重复蒸发。

6.4.3 冷却至大约 50 °C,加入 5 mL 盐酸(3.1)和 20 mL 水溶解盐类,加入 0.15 mL 过氧化氢(3.2),将溶液移入 100 mL 容量瓶中(V_0)。

锰含量在 0.10%~0.40%时,加入 10 mL 氯化锶溶液(3.5),用水稀释至刻度(V_2),混匀。

锰含量在 >0.40%~4.00%时,试液用水稀释至刻度,混匀。按表 1 分取试液(V_1)置于 100 mL 容量瓶中(V_2)。加入 4 mL 盐酸(3.1)和 10 mL 氯化锶溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处,与测量系列标准溶液同时,以水调零测量试液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰质量浓度(ρ)。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 锰标准溶液(3.7),置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 盐酸(3.1)和 10 mL 氯化锶溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 在与测量试料溶液相同的条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度。以锰浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制锰的工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算锰的质量分数 w_{Mn} ,数值以%表示:

$$w_{Mn} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得锰的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测量时试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第二位。

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试值,在以下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)按表2采用线性内插法求得,在质量分数0.16%~2.09%范围之外的重复性限(r)采用线性外推法求得。

表2 重复性限

锰的质量分数/%	0.16	1.24	2.09
重复性限(r)/%	0.02	0.05	0.07
注:重复性限(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准偏差。			

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试值,在以下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采用线性内插法求得,在质量分数0.16%~2.09%范围之外的再现性限(R)采用线性外推法求得。

表3 再现性限

锰的质量分数/%	0.16	1.24	2.09
再现性限(R)/%	0.02	0.06	0.09
注:再现性限(R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准偏差。			

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

附录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 7530-6:1990 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 7530-6:1990 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 7530-6:1990 章条编号对照

本标准章条编号	ISO 7530-6:1990 章条编号
1	1
2	3
3	4
4	5
5	6
6.4.3	7.1
6.3	7.2
6.4.4	7.4.1
6.5	7.4.2
7	8

附 录 B
(资料性附录)

本部分与 ISO 7530-6:1990 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分与 ISO 7530-6:1990 技术性差异及其原因一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 7530-6:1990 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原 因
1	下调了方法的测定下限	根据现行的镍铜合金的化学成分设定了测定范围
2	将原理改为方法提要,并重新进行叙述	更详细、具体
3.5	减小了氯化锶的浓度	提高可操作性
6.4.3	减少了双氧水和氯化锶的量	提高可操作性
7	分析结果的计算表述更清晰、明了	更具体,提高实用性
9	增加了质量保证条款	标准规范要求