

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

Chemical analysis of zirconium powder
for electro-vacuum uses
The atomic absorption spectrophotometric
method for determination of calcium and magnesium

UDC 669.296-492
.2:543.422
:546.41+.46
GB 3256.5-82

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于电真空用锆粉中钙及镁量的测定。测定范围：钙0.10~0.70%，镁0.005~0.100%。

1 方法提要

试样用氢氟酸溶解，在氢氟酸介质中通过阳离子交换树脂柱，氟锆酸络离子随溶液流出交换柱，而钙、镁阳离子则被吸留在树脂上。钙、镁经用盐酸洗脱后用原子吸收分光光度法测定。试样中共存的杂质元素均不干扰测定。

2 试剂

2.1 氢氟酸（市售40%）：优级纯。

2.2 氢氟酸（1+99）。

2.3 盐酸（比重1.19）：高纯。

2.4 盐酸（1+1）。

2.5 盐酸（1+2）。

2.6 盐酸（1+3）。

2.7 钙标准溶液：

2.7.1 称取2.4973克碳酸钙溶解于25毫升盐酸（2.4）中，煮沸除去二氧化碳，冷却后用水移入1000毫升容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含1000微克钙。

2.7.2 移取10.00毫升钙标准溶液（2.7.1），置于100毫升容量瓶中，加4毫升盐酸（2.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含100微克钙。

2.8 镁标准溶液：

2.8.1 称取0.1000克高纯镁，置于300毫升烧杯中，加15毫升盐酸（2.4）微热溶解后冷却，用水将溶液移入1000毫升容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含100微克镁。

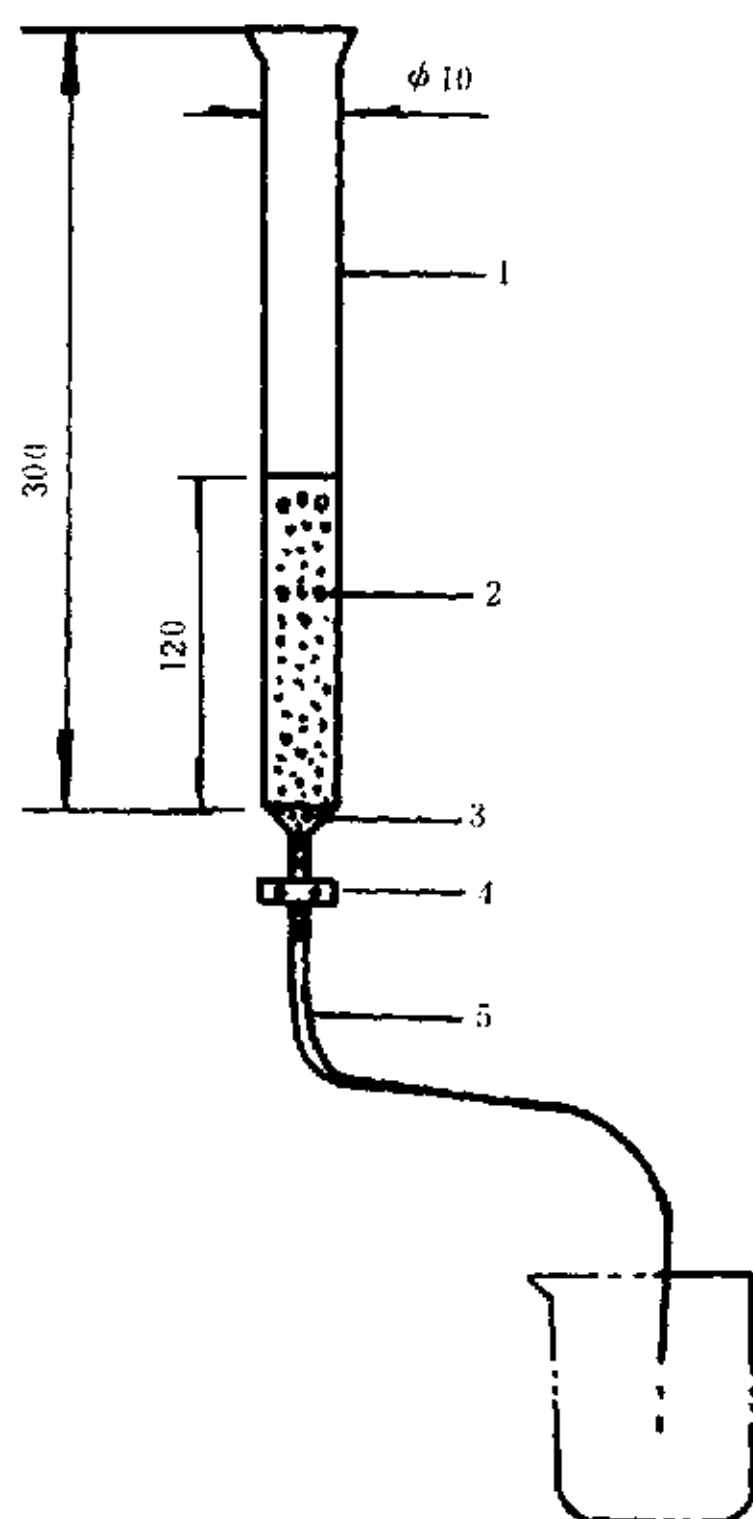
2.8.2 移取10.00毫升镁标准溶液（2.8.1），置于100毫升容量瓶中，加4毫升盐酸（2.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含10微克镁。

2.9 聚苯乙烯型磺酸基阳离子交换树脂（60~100目）。

将树脂置于聚乙烯杯中，用水浸泡4~6小时，将水滤尽。用盐酸（2.4）浸泡4~5次，每次1小时以上，将盐酸滤尽。再用氢氟酸（2.2）浸泡2~3次，每次1小时左右，将氢氟酸滤尽。用水洗数次以除去氢氟酸，浸泡在水中待用。

3 仪器

3.1 离子交换柱（见下图）：由半透明聚乙烯管制成，管的底部垫以聚乙烯丝，将待用的交换树脂（2.9）装入管内至树脂柱高为120毫米。用盐酸（2.5）洗涤交换柱至流出液中不含钙、镁离子（将流出液调至所需盐酸酸度后再用原子吸收法检查），再用水洗至中性待用。



离子交换柱

1—聚乙烯管（内径10毫米）；2—离子交换树脂；3—聚乙烯丝；4—乳胶管和螺旋夹；5—细聚乙烯管

3.2 原子吸收分光光度计：附有钙、镁空心阴极灯。

4 分析步骤

4.1 称取0.2000克试样置于120毫升带盖的聚乙烯杯中。随同试样做空白。

4.2 加10毫升水、1.0毫升氢氟酸（2.1），盖上杯盖，待反应停止后置于热水浴中加热至试样溶解，取下，用水稀释至90毫升，冷却至室温。

4.3 将10毫升氢氟酸（2.2）通过待用交换柱，将试液以每分钟1~2毫升的流速通过交换柱。然后每次用约10毫升氢氟酸（2.2）洗涤8次，再每次用约10毫升水洗4~5次，直至流出液呈中性。

4.4 用100毫升盐酸（2.5）以每分钟2~3毫升的流速洗脱吸留在树脂上的钙、镁离子。用200毫升烧杯收集洗出液。

注：洗脱钙、镁离子时盐酸（2.5）的适用量与选用树脂的粒度、交换柱的内径及树脂柱的高度等有关。因此新装成的交换柱使用前，应先取1毫升钙标准溶液（2.7.1）及1毫升镁标准溶液（2.8.1），置于聚乙烯杯中，加0.4毫升氢氟酸（2.1）用水稀释至90毫升，通过离子交换柱，然后用盐酸（2.5）洗脱，做淋洗曲线实验。

4.5 将流出液加热蒸发至恰干，稍冷，加入5毫升盐酸（2.6），放置片刻，加入5毫升水，低温加

热溶解盐类，取下，冷却至室温。用水将溶液移入50毫升容量瓶中并稀释至刻度，混匀。

注：当钙含量大于0.25%、镁含量大于0.025%时，可分取25.00毫升；当钙含量大于0.5%、镁含量大于0.05%时，可分取10.00毫升试液移入另一个50毫升容量瓶中，补加盐酸（2.6），使以水稀释至刻度混匀后的盐酸酸度为2.5%（体积比）。

4.6 在原子吸收分光光度计422.7nm和285.2nm、在空气—乙炔火焰中，与标准系列溶液同时进行测定。以水调零分别测量钙、镁的吸光读数，减去各自的空白吸光读数，从工作曲线上查出钙及镁的量。

5 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升钙标准溶液（2.7.2）和0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升镁标准溶液（2.8.2），分别置于一组50毫升容量瓶中，各加5毫升盐酸（2.6），用水稀释至刻度，混匀。与试样同时测量钙和镁的吸光读数，减去试剂空白，以钙、镁的浓度为横坐标、吸光读数为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算钙及镁的百分含量：

$$\text{Ca (Mg) \%} = \frac{C \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中：C——从工作曲线上查得的钙或镁的浓度，微克/毫升；

V——被测溶液的体积，毫升；

m——被测溶液所相当的称样量，克。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1和表2所列允许差。

表 1 %

含 钙 量	允 许 差
0.10~0.20	0.03
>0.20~0.30	0.05
>0.30~0.40	0.06
>0.40~0.50	0.08
>0.50~0.70	0.10

表 2 %

含 镁 量	允 许 差
0.005~0.020	0.003
>0.020~0.030	0.005
>0.030~0.040	0.006
>0.040~0.050	0.008
>0.050~0.070	0.010
>0.070~0.100	0.015

附 录
仪 器 工 作 条 件
(参考件)

使用WYX-401型原子吸收分光光度计的工作条件如下:

工 作 条 件 元 素 \ 项 目	光 源	波 长 nm	灯 电 流 毫 安	增 益	空 气 流 量 升 / 分	乙 炔 流 量 升 / 分	燃 烧 器 高 度 毫 米	狭 缝 频 带 宽 度 埃
钙	钙空心 阴极灯	422.7	5	2	4.8	1.2	5	2
镁	镁空心 阴极灯	285.2	5	1	4.5	1.0	5	2

工作时应根据所使用仪器选择适当条件。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人陈利锐、邬月莲、刘作云。