

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.7—2008
代替 GB/T 7731.7—1987

GB/T 7731.7—2008

钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

Ferrotungsten—Determination of tin content—
Phenylfluorone photometric method and inductively
coupled plasma-atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法
和电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 7731.7—2008

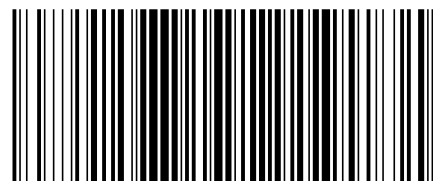
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32325 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 7731.7—2008

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(资料性附录)
测定仪器的规范性操作

A.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体光谱仪的性能进行适当的测定,允许不同的仪器使用不同的操作条件,但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。

整个性能试验步骤用三个基本参数考核:检测限(DL),背景等效浓度(BEC)和短期精密度(RSDN)。

A.2 定义

本部分应用以下定义。

A.2.1 检测限(DL):当元素产生最小浓度信号时,可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号;另一方面,元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的三倍。

A.2.2 背景等效质量浓度(BEC):是产生与背景强度值相等的净强度相当于分析物的质量浓度;是对给定波长灵敏度的度量。

A.2.3 短期精密度(RSDN):在测定条件下所得仪器的一系列读数的相对标准偏差。

A.3 背景等效浓度和检测限

制备3份溶液,含待测物浓度分别为:0浓度水平,10倍检测限,1000倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

应按制造商的建议和实验室的定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取10次强度读数。对另外两种溶液重复此操作。

使用公式(A.1)计算分析曲线的斜率:

$$M = c_2 / (I_2 - I_b) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

M ——分析曲线的斜率;

c_2 ——10倍检测限溶液的质量浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

I_2 ——10倍检测限溶液10次原始强度读数的平均值;

I_b ——空白溶液10次强度读数的平均值。

使用下列公式(A.2)计算DL:

$$DL = 3S_b M \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

DL ——检测限, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

S_b ——是10次空白强度读数的标准偏差。

使用下列公式(A.3)计算BEC:

$$BEC = M \times I_b \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

BEC ——背景等效质量浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

按公式(A.4)从原始平均强度(I_3)与空白平均强度 I_b 的差值来计算1000倍检测限溶液的净平均强度(IN_3),如下:

前 言

本部分代替 GB/T 7731.7—1987《钨铁化学分析方法 苯基荧光酮光度法测定锡量》。

本部分与 GB/T 7731.7—1987 比较,其主要变化如下:

——新增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——采用标准文本格式进行了文字修订。

本部分附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、刘惠丽、张映霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7731.7—1987。

移取 50.00 mL 溶液(4.2.7.1)于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(1+2)稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 100 μg 。

4.3 仪器与设备

分析中,除使用通常的实验室仪器、设备外,还使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪,配备溶液雾化进样系统。测定仪器的规范性操作参见附录 A。仪器经优化后应满足:

4.3.1 一般要求

按制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节电感耦合等离子体发射光谱仪。

4.3.2 短时稳定性和长时稳定性

较短时间内测量待测元素的工作曲线的最浓溶液的发射谱线绝对或相对光强 10 次,其标准偏差不应超过绝对或相对光强平均值的 0.5%。4 h 内测量待测元素的工作曲线的最浓溶液的发射谱线绝对或相对光强 16 次,每隔 15 min 测定一次,标准偏差不应超过绝对或相对光强平均值的 1%。

4.3.3 背景等效浓度和检出限

通过计算含有锡溶液的元素分析谱线(189.959 nm)得出的背景等效质量浓度(BEC)和检出限(DL)应分别低于 0.39 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.3.4 校准曲线的线性

校准曲线的相关系数应大于 0.999。

4.3.5 分析线及仪器参数

本部分不指定特殊的分析线,推荐使用分析线及仪器参数列于表 2。

表 2 仪器工作参数

① RF 功率:1 150 W	② 雾化气压力:27 Psi	③ 辅助气流量:0.5 L/min
④ 蠕动泵泵速:120 r/min	⑤ 短波曝光时间:20 s	⑥ 冲洗时间:30 s
元 素	Sn	
分析谱线波长 nm	189.989	
级 次	176	
背景校正	不扣	

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。试样应通过 0.088 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

称取 1.00 g 试料,准确至 0.000 1 g。

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.3 样品溶液的制备

4.5.3.1 将试料(4.5.1)置于 600 mL 烧杯中,加入 8 g 草酸(4.2.1)、30 mL 过氧化氢(4.2.2),低温微热,使试样溶解完全,取下。

4.5.3.2 加温热水(30℃~50℃)100 mL,加 5 mL 过氧化氢(4.2.2),用氨水(4.2.3)中和至有沉淀产生并过加 30 mL,以沸水稀释至约 450 mL,煮沸 2 min~3 min,取下静置待沉淀下沉,以快速定性滤纸趁热过滤。将沉淀全部转移到漏斗上,用热氨水(2+98)洗烧杯 2 次~3 次。用热盐酸洗液(2+98)将滤纸上的沉淀洗入原烧杯中,将滤纸洗至无三氯化铁的黄色,再用热水洗 2 次~3 次,弃去滤纸。

4.5.3.3 加入 10 mL 盐酸(4.2.5)、5 mL 过氧化氢(4.2.2)低温微热使沉淀溶解。用氨水(4.2.3)中和至有沉淀产生并过加 30 mL,以热水稀释至约 450 mL,煮沸 2 min~3 min,取下静置待沉淀下沉,以快速定性滤纸趁热过滤。用热氨水(2+98)洗烧杯 2 次~3 次,洗沉淀 2 次~3 次。用热盐酸洗液

钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本部分规定了用苯基荧光酮光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨铁中的锡量。

本部分适用于钨铁中锡含量的测定,测定范围(质量分数):0.01%~0.12%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本部分中的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一:苯基荧光酮光度法

3.1 原理

试料用硝酸-氢氟酸溶解,硫酸处理冒白烟,在含酒石酸的硫酸酸性溶液中,通入硫化氢使锡与铜、砷等共沉淀,进行分离。以硝酸和硫酸溶解,加硫酸锰和高锰酸钾使锡与二氧化锰共沉淀进行分离。用盐酸和过氧化氢溶解,加入酒石酸、草酸、聚乙烯醇掩蔽干扰元素,以氨水调节 pH 值,加入苯基荧光酮使锡生成锡-苯基荧光酮配合物,测量其吸光度。

3.2 试剂和材料

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与其纯度相当的水。

3.2.1 酒石酸,固体。

3.2.2 抗坏血酸,固体。

3.2.3 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.4 硝酸, ρ 1.42 g/mL。

3.2.5 硫酸, ρ 1.84 g/mL。

3.2.6 过氧化氢, ρ 1.10 g/mL。

3.2.7 盐酸,1+1。

3.2.8 硝酸,1+1。

3.2.9 硫酸,1+1。

3.2.10 氨水, ρ 0.90 g/mL。

3.2.11 氨水,1+8。

3.2.12 硫化氢。

3.2.13 酒石酸洗涤液,取 1 g 酒石酸溶解于通入硫化氢饱和的 100 mL 硫酸(1+100)中。

3.2.14 硫酸锰溶液,20 g/L,称取 20 g 硫酸锰[MnSO₄·(4~6)H₂O]溶解于水中,并稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.15 高锰酸钾溶液,30 g/L。