

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.9—2008
代替 GB/T 7731.9—1987

GB/T 7731.9—2008

钨铁 铋含量的测定 碘化铋光度法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Ferrotungsten—Determination of bismuth content—
The bismuth iodide photometric method and inductively
coupled plasma-atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钨铁 铋含量的测定
碘化铋光度法和电感耦合等离子体
原子发射光谱法
GB/T 7731.9—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12月第一版 2008年12月第一次印刷

书号: 155066·1-34770 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 7731.9—2008

2008-08-19 发布

2009-04-01 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

下列定义适用于本部分。

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倍检测限溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

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,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

S_b ——10次空白强度读数的标准偏差。

使用式(A.3)计算BEC:

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

式中:

BEC ——背景等效浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

前 言

GB/T 7731的本部分是对GB/T 7731.9—1987《钨铁化学分析方法 碘化铋光度法测定铋量》的修订,包括了碘化铋光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法两个方法。

本部分代替GB/T 7731.9—1987。

本部分与GB/T 7731.9—1987比较,主要变化如下:

——对碘化铋光度法的标准文本编写格式进行了规范;

——增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分的附录A为资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:郑海东、刘冰、张云鹏、吴丽玉、袁冬雪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7731.9—1987。

4.2 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。

- 4.2.1 金属钨粉,固体,铋含量应小于 0.005 0%。
- 4.2.2 草酸,优级纯,固体。
- 4.2.3 盐酸, ρ 1.19 g/mL。
- 4.2.4 过氧化氢,优级纯, ρ 1.10 g/mL。
- 4.2.5 硝酸,1+1。
- 4.2.6 混酸,硫酸:盐酸:水=1:4:2。
- 4.2.7 硫酸,5+95。
- 4.2.8 铁溶液,50 g/L,称取 25.00 g 金属纯铁粉(99.99%)置于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(4.2.3)及 100 mL 水,缓慢加热 20 min,再加入 50 mL 盐酸(4.2.3)加热至完全溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 4.2.9 铋标准溶液:
- 4.2.9.1 称取 1.000 0 g 高纯铋(99.99%以上),置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(4.2.5),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铋 1.00 mg。
- 4.2.9.2 移取 10.00 mL 铋标准溶液(4.2.9.1)于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铋 100.0 μ g。

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。测定仪器的规范性操作参见附录 A,仪器经优化后应满足下列要求。

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 短期稳定性和长期稳定性

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

通过计算含有铋溶液的元素分析谱线(223.061 nm)得出的背景等效浓度(BEC)和检出限(DL)应分别低于 0.72 μ g/mL、0.03 μ g/mL。

4.3.4 校准曲线的线性

校准曲线线性良好,相关系数应 \geq 0.999。

4.4 取制样

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

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

称取 0.50 g 试料,精确至 0.000 1 g。

4.5.2 溶液的制备

将试料(4.5.1)置于 500 mL 烧杯中,加入 8 g 草酸(4.2.2)、30 mL 过氧化氢(4.2.4),低温微热,使试料完全溶解(当溶解试料过程中溶液析出沉淀对铋的测定结果无影响),取下,加入 30 mL 混酸(4.2.6),水浴加热,溶液体积蒸至 20 mL 左右,取下冷却,用中速定量滤纸过滤于 500 mL 烧杯中,用硫酸(4.2.7)洗净烧杯,并洗涤沉淀及滤纸至滤液体积为 150 mL 左右。将滤液加热,蒸至体积为 70 mL~80 mL,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

钨铁 铋含量的测定 碘化铋光度法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法

警告:使用 GB/T 7731 的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

GB/T 7731 的本部分规定了用碘化铋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铋含量。

本部分适用于钨铁中铋含量的测定。碘化铋光度法测定范围(质量分数):0.010%~0.060%;电感耦合等离子体原子发射光谱法测定范围(质量分数):0.010%~0.15%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 7731 的本部分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:碘化铋光度法

3.1 原理

试料以硝酸、氢氟酸分解,用硫酸处理冒白烟,在含酒石酸的硫酸溶液中通入硫化氢,使铋与铜、锡等共沉淀,再以硫化钾处理,使铋与铜、锡等分离。灼烧氧化物,以硝酸溶解,在硫酸高铁铵存在下,以氢氧化铵将铋共沉淀分离出来,用硫酸溶解,加入碘化钾和次磷酸钠使铋发色,于波长 450 nm 处测量其吸光度。低量铋以异戊醇萃取,于波长 450 nm 处测量有机相的吸光度。

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 氢氟酸, ρ 1.12 g/mL。
- 3.2.3 硝酸,1+1。
- 3.2.4 硫酸,1+1。
- 3.2.5 硫酸,1+100。
- 3.2.6 氢氧化铵,1+1。
- 3.2.7 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液,2 g/L。
- 3.2.8 硫化氢,硫化亚铁和稀盐酸在启普发生器中发生反应制取。
- 3.2.9 次磷酸钠溶液,250 g/L。
- 3.2.10 碘化钾溶液,100 g/L。
- 3.2.11 硫酸高铁铵溶液,10 g/L。称取 1 g 硫酸高铁铵 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$,以水溶解,稀释 100 mL,混匀。