

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.8—2008  
代替 GB/T 7731.8—1987

GB/T 7731.8—2008

## 钨铁 锑含量的测定 罗丹明 B 光度法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法

**Ferrotungsten—Determination of antimony content—  
The tetraethylrhodamine photometric method and inductively  
coupled plasma-atomic emission spectrometry**

中华人民共和国  
国家标准  
钨铁 锑含量的测定  
罗丹明 B 光度法和电感耦合等离子体  
原子发射光谱法  
GB/T 7731.8—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](http://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 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

书号: 155066·1-34769 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 7731.8—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3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。

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

$I_2$ ——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( $\mu\text{g/mL}$ );

$s_b$ ——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:

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

## 前 言

GB/T 7731的本部分是对GB/T 7731.8—1987《钨铁化学分析方法 罗丹明B光度法测定铈量》的修订,包括了罗丹明B光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法两个分析方法。

本部分代替GB/T 7731.8—1987。

本部分与GB/T 7731.8—1987比较,主要变化如下:

——对罗丹明B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、韩英琦、李蔡。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7731.8—1987。

- 4.2.1 金属钨粉,固体,铈含量应小于0.005%。
- 4.2.2 草酸,优级纯,固体。
- 4.2.3 盐酸, $\rho$ 1.19 g/mL。
- 4.2.4 过氧化氢,优级纯, $\rho$ 1.10 g/mL。
- 4.2.5 硫酸, $\rho$ 1.84 g/mL。
- 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 铈标准溶液
- 4.2.9.1 称取1.000 0 g高纯铈(99.99%以上),置于250 mL烧杯中,加入50 mL硫酸(4.2.5),加热溶解,再加入50 mL硫酸(4.2.5),冷却。将溶液移入预先盛有600 mL水的1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含铈1.00 mg。
- 4.2.9.2 移取10.00 mL铈标准溶液(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含铈100.0  $\mu$ 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条件:

#### 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

通过计算含有铈溶液的元素分析谱线(206.833 nm)得出的背景等效浓度(BEC)和检出限(DL)应分别低于0.72  $\mu$ g/mL、0.03  $\mu$ 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(不可出沉淀。若溶解试料时温度过高或试料完全溶解后再长时间加热,溶液中易析出沉淀,铈测定结果将偏低),取下,加入30 mL混酸(4.2.6),水浴加热,使溶液体积蒸至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 铈含量的测定 罗丹明 B 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的本部分规定了用罗丹明B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铈量。

本部分适用于钨铁中铈含量的测定。罗丹明B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:罗丹明 B 光度法

#### 3.1 原理

试料以过氧化钠熔融,用水浸出,在含酒石酸的硫酸酸性溶液中,通入硫化氢使铈与铜、铈共沉淀,进行分离,沉淀以硝酸和硫酸处理,加入硫酸锰和高锰酸钾使铈与二氧化锰共沉淀,过滤分离,沉淀以硫酸和过氧化氢溶解,加硫酸铈使铈氧化后,以异丙醚萃取,加罗丹明B,使铈发色,于波长550 nm处测量其吸光度。

#### 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 过氧化钠,固体。

##### 3.2.2 无水碳酸钠,固体。

##### 3.2.3 酒石酸,固体。

##### 3.2.4 盐酸, $\rho$ 1.19 g/mL。

##### 3.2.5 硝酸, $\rho$ 1.42 g/mL。

##### 3.2.6 硫酸, $\rho$ 1.84 g/mL。

##### 3.2.7 氢氧化铵, $\rho$ 0.90 g/mL。

##### 3.2.8 盐酸,1+1。

##### 3.2.9 硝酸,1+1。

##### 3.2.10 硫酸,1+1。

##### 3.2.11 硫酸,1+2。

##### 3.2.12 硫酸-过氧化氢混合液,由100 mL硫酸(1+6)和2 mL过氧化氢混合配制而成。