

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.9—2009
代替 GB/T 8704.9—1994

GB/T 8704.9—2009

钒铁 锰含量的测定 高碘酸钾光度法和火焰原子吸收光谱法

Ferrovandium—Determination of manganese content—
The potassium periodate oxidation photometric method and
flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
钒铁 锰含量的测定
高碘酸钾光度法和火焰原子吸收光谱法
GB/T 8704.9—2009

*

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 10 千字

2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38990 定价 16.00 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 8704.9—2009

2009-07-15 发布

2010-04-01 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

前 言

本部分代替 GB/T 8704.9—1994《钒铁化学分析方法 高碘酸钾光度法和火焰原子吸收光谱法测定锰量》。

本部分与 GB/T 8704.9—1994 比较,其主要变化为:

——删除了火焰原子吸收光谱法的附录 A。

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: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。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8704.9—1994。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。试样应通过 0.177 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 安全措施

冒高氯酸烟时附近不能有氨及有机物存在,以防止爆炸。

4.5.2 试料量

称取 0.100 g 试样,准确至 0.000 1 g。

4.5.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.2.3)、2 mL 氢氟酸(4.2.5)和 2 mL 高氯酸(4.2.4)于电热板上缓慢加热,冒烟至近干。取下。

注:电热板温度不得超过 350 ℃。

4.5.4.2 加入 10 mL 盐酸(4.2.2)继续加热溶解盐类,取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化锶溶液(4.2.6),用水稀释至刻度,混匀,待测。

4.5.4.3 将仪器调到最佳状态,在原子吸收光谱仪上,波长 279.5 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量其吸光度。将试料溶液的吸光度和随同试料空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出对应的锰的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

注:试样含锰量大于 0.20% 时,分取 20.00 mL 试样溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化锶溶液(4.2.6)、8 mL 盐酸(4.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

4.5.5 校准曲线的绘制

4.5.5.1 于 7 个 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 锰标准溶液(4.2.9.2),按表 3 分别加入与测量的试样溶液基体组成相近的钒溶液(4.2.7)、铁溶液(4.2.8)。

表 3 校准曲线的基体溶液加入量

钒含量(质量分数)/%	校准曲线的基体溶液加入量/mg	
	钒加入量	铁加入量
$\geq 40 \sim 50$	45	55
$> 50 \sim 75$	60	40
> 75	80	20

以下按 4.5.4.1 加入 10 mL 硝酸(4.2.4)以后的步骤进行。

4.5.5.2 在原子吸收光谱仪上,波长 279.5 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量其吸光度。

4.5.5.3 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度,为锰校准曲线系列溶液的净吸光度,以锰的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.6 分析结果的计算

按式(2)计算试样中锰的质量分数 $w(\text{Mn})$,数值以 % 表示:

$$w(\text{Mn}) = \frac{(C - C_0) \cdot V \times V_2}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——自校准曲线上查得的试料溶液中锰的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_0 ——自校准曲线上查得的随同试料空白溶液中锰的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试样溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

钒铁 锰含量的测定 高碘酸钾光度法和火焰原子吸收光谱法

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

GB/T 8704 的本部分规定了用高碘酸钾光度法和火焰原子吸收光谱法测定钒铁中的锰含量。

本部分适用于钒铁中锰含量的测定。高碘酸钾光度法测定范围(质量分数)0.05%~0.60%;火焰原子吸收光谱法测定范围(质量分数)0.10%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 8704 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:高碘酸钾光度法

3.1 原理

试料用硫酸-磷酸溶解,以高碘酸钾将锰氧化成高锰酸,在分光光度计上 525 nm 波长处测量其吸光度。在校准曲线上查得锰的质量,计算出试样中锰的含量。

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 高碘酸钾,固体。

3.2.2 磷酸, $\rho 1.70 \text{ g}/\text{mL}$ 。

3.2.3 硝酸, $\rho 1.42 \text{ g}/\text{mL}$ 。

3.2.4 氢氟酸, $\rho 1.15 \text{ g}/\text{mL}$ 。

3.2.5 硫酸,1+4。

3.2.6 EDTA(二水合乙二胺四乙酸二钠)溶液,100 g/L。称取 100 g 二水合乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于含有 5 mL 氢氧化铵($\rho 0.90 \text{ g}/\text{mL}$)的 200 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL。

3.2.7 不含还原性物质的水:在 1 000 mL 水中加入 20 mL 硫酸(1+1),在微沸状态下加入少量(约 2 g)高碘酸钾(3.2.1),并保持约 10 min。冷却,贮于玻璃瓶中,备用。

3.2.8 锰标准溶液:称取 0.100 0 g 金属锰[质量分数大于 99.9%,预先在硫酸(5+95)中清洗除去表面氧化物,取出,立即用水洗涤干净,并用无水乙醇冲洗 2 次~3 次,自然干燥后使用]置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),20 mL 硫酸(1+1),加热溶解,蒸发至冒硫酸白烟驱除盐酸,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锰 100 μg 。

3.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。