

GB/T 4324.6—2012

9 试验报告

试验报告包括下列内容：

- 试样；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

GB/T 4324.6—2012

ICS 77.120.99
H 63

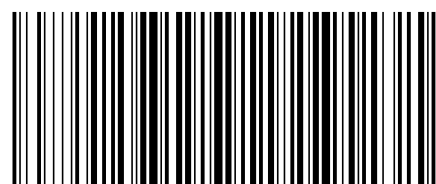


中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.6—2012
代替 GB/T 4324.6—1984

钨化学分析方法 第6部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 6: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline spectrophotometry



GB/T 4324.6—2012

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·1-47171

定价：14.00 元

2012-12-31 发布

2013-10-01 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

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL、12.00 mL 铁标准溶液(3.12),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 8 mL 柠檬酸溶液(3.9),溶液体积保持在 30 mL 左右。以下按 6.4.3~6.4.4 进行,测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_0 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——从工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法获得。

表 2

铁的质量分数/%	0.000 8	0.005 0	0.010	0.060
重复性限/%	0.000 2	0.000 8	0.002	0.006

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

铁的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.004 0	0.000 8
>0.004 0~0.008 0	0.001 5
>0.008 0~0.020	0.002 5
>0.020~0.040	0.006
>0.040~0.10	0.012

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钨化学分析方法
第 6 部分:铁量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 4324.6—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 10 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47171 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)68510107

3.10 乙二胺四乙酸钠(EDTA)溶液(100 g/L):称取 10 g EDTA(优级纯)于 250 mL 烧杯中,加 90 mL 水,加热(50 °C~60 °C)溶解后,用氨水(3.4)调至 pH=7(用 pH 试纸检查),并用水稀释至 100 mL,混匀,备用。

3.11 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铁($w_{Fe} \geq 99.99\%$),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(1+1),加热溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

3.12 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.11)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁的质量分数/%	0.000 5~0.010	>0.010~0.10
试样量/g	0.500	0.100

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 锥形瓶中,加入 8 mL 硫酸铵溶液(3.8)和 4 mL 硫酸(3.3),加热溶解,取下冷却。

6.4.2 加入 8 mL 柠檬酸溶液(3.9),混匀,再加入 10 mL 氨水(3.4)、10 mL 水,煮沸 1 min~2 min,取下冷却。

6.4.3 加入 2 mL EDTA 溶液(3.10),用氨水(3.4)调至 pH=7(用 pH 试纸检查),加 3 mL 盐酸羟胺溶液(3.7)、2 mL 邻二氮杂菲溶液(3.6),混匀,在 60 °C~70 °C 水浴中保温 15 min,取出,冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

6.4.4 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

6.4.5 减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 7 部分:钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法;
- 第 9 部分:镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法;
- 第 13 部分:钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 14 部分:氯化挥发后残渣量的测定 重量法;
- 第 15 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 16 部分:灼烧损失量的测定 重量法;
- 第 17 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 19 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法;
- 第 20 部分:钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 21 部分:铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 22 部分:锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 23 部分:硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法;
- 第 24 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 25 部分:氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法;
- 第 26 部分:氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法;
- 第 27 部分:碳量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 28 部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4324.6—1984《钨化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》。本部分与 GB/T 4324.6—1984 相比,主要技术变化如下:

- 适用范围增加了“蓝钨、紫钨、偏钨酸铵及碳化钨”;
- 测定数量由“称取三份测定”改为“独立地进行两次测定”;
- 补充了精密条款;
- 增加了“前言”及“试验报告”内容,并对标准格式进行了编辑性修改。