

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.3—2009
代替 GB/T 4701.3—1984

GB/T 4701.3—2009

钛铁 铜含量的测定 铜试剂光度法和火焰原子吸收光谱法

Ferrotitanium—Determination of copper content—
The DDTC photometric method and the flame
atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
钛铁 铜含量的测定
铜试剂光度法和火焰原子吸收光谱法
GB/T 4701.3—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10月第一版 2009年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38838 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 4701.3—2009

2009-07-08 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 4701.3—1984《钛铁化学分析方法 铜试剂光度法测定铜量》。

本部分与 GB/T 4701.3—1984 比较,主要变化为:

——新增加了火焰原子吸收光谱法。

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、张映霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.3—1984。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

按表 2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 2 试料量

铜含量(质量分数)/%	试料量/g
0.10~0.50	0.20
>0.50~1.00	0.10

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 试料溶液的制备

将试料(4.5.1)置于铂皿中,加入 10 mL 硝酸(4.2.2),分次缓慢滴加 1 mL~2 mL 氢氟酸(4.2.1),低温加热使试样溶解后,取下,加入 10 mL 硫酸(4.2.3),加热至硫酸冒烟尽干,取下稍冷,加入 10 mL 硝酸(4.2.2),加热溶解盐类,取下,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去滤纸。

4.5.3.2 测定

将干过滤滤液(4.5.3.1)在原子吸收光谱仪上,波长 327.4 nm 或 324.8 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零点,测量试料溶液的吸光度和随同试料空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出相应的铜的质量浓度,通过计算得出铜的含量。

4.5.3.3 校准曲线的绘制

4.5.3.3.1 向 6 个 100 mL 容量瓶中分别加入 4.00 mL 钛溶液(4.2.6)、10.00 mL 铝溶液(4.2.5)和 5.00 mL 铁溶液(4.2.4)。然后依次加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(4.2.8),加入 10 mL 硝酸(4.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.3.2 按 4.5.3.2 测出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后为铜校准曲线系列溶液的净吸光度,以铜的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)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)计算试样中铜的含量(质量分数) $w(\text{Cu})$,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——从校准曲线上查得试样溶液中铜的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从校准曲线上查得空白溶液中铜的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g)。

4.7 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。

钛铁 铜含量的测定

铜试剂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

本部分规定了用铜试剂光度法和火焰原子吸收光谱法测定钛铁中的铜含量。

本部分适用于钛铁中铜含量的测定。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 铜试剂光度法

3.1 原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解,加柠檬酸掩蔽铁、钛等干扰元素,在氨性溶液中,加二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)与铜生成难溶的棕黄胶体溶液,加入阿拉伯胶溶液后于分光光度计上 460 nm 波长处,测量其吸光度,在校准曲线上查得铜的质量,计算得出试样中铜的含量。

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 尿素,固体。

3.2.2 氢氟酸, ρ_1 1.15 g/mL。

3.2.3 硝酸,2+1。

3.2.4 氨水,1+1。

3.2.5 硼酸溶液,50 g/L。

3.2.6 柠檬酸铵溶液,500 g/L。

3.2.7 DDTC 溶液,2 g/L。

3.2.8 阿拉伯胶溶液,10 g/L。称取 2 g 阿拉伯胶,溶解于 100 mL 热水中,加入一小粒百里香酚,用脱脂棉过滤后,以水稀释至 200 mL,混匀。

3.2.9 铜标准溶液:称取 0.500 0 g 纯铜($\text{Cu} \geq 99.9\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(3+5),加热溶解并煮沸除去氮的氧化物,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 含铜 500 μg 。

3.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。