

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.6—2008
代替 GB/T 7731.6—1987

GB/T 7731.6—2008

钨铁 砷含量的测定 钼蓝光度法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Ferrotungsten—Determination of arsenic content—
The molybdenum blue photometric method and inductively
coupled plasma-atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
钨铁 砷含量的测定 钼蓝光度法和
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 7731.6—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 12 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-34635 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 7731.6—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

按式(A.4)从原始平均强度(I_3)与空白平均强度 I_b 的差值来计算 1 000 倍检测限溶液的净平均强度(IN_3),如下:

$$IN_3 = I_3 - I_b \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

IN_3 ——溶液(DL 的 1 000 倍)的净平均强度。

$RSDN_{\min}$ ——元素浓度为 $1\,000 \times DL$ 溶液的估计值。

按式(A.5)计算 1 000 倍检测限溶液($1\,000 \times DL$)的净强度相对标准偏差。

$$RSDN_{\min} = \frac{\sqrt{(S_3^2 + S_b^2)}}{IN_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

S_3 ——1 000 倍检测限溶液的 10 次强度读数的标准偏差。

前 言

GB/T 7731 的本部分是对 GB/T 7731.6—1987《钨铁化学分析方法 钼蓝光度法测定砷量》的修订,包括了钼蓝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 7731.6—1987。

本部分与 GB/T 7731.6—1987 比较,主要变化如下:

——对钼蓝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、毕军、张云鹏、高玉敏、袁萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7731.6—1987。

分别低于 0.39 μg / mL、0.02 μg/mL。

4.3.4 校准曲线的线性

校准曲线线性良好,相关系数应≥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 1.00 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),低温加热,使试料完全溶解(如溶液中出现沉淀,可加入 30 mL 水及 5 mL 过氧化氢,加热煮沸并至液面平静,可使溶液澄清),取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.5.3 测定

按照仪器的使用说明书进行仪器调试,使仪器处于正常分析状态。将溶液(4.5.2)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,在相应波长(推荐使用 193.759 nm 波长)处测定砷的强度,通过校准曲线查出砷的浓度。

4.6 校准曲线的绘制

4.6.1 称取近似于试料量中钨量的金属钨粉(4.2.1)并移取近似于试料量中铁量的铁溶液(4.2.5)六份,分别置于 500 mL 烧杯中,依次加入 0、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 砷标准溶液(4.2.6),以下按 4.5.2 中“加入 8 g 草酸(4.2.2)、30 mL 过氧化氢(4.2.4)”至 4.5.3 进行。

4.6.2 以校准曲线系列每一溶液的砷浓度(μg/mL)为横坐标,测得的砷强度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.7 分析结果的计算

按式(2)计算试料中砷的质量分数:

w_{As}(%) = (C · V / (m × 10⁶)) × 100(2)

式中:

C——自校准曲线上查得的试料溶液中砷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试料量,单位为克(g)。

4.8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列的允许差。

表 2 允许差 %

Table with 2 columns: 砷含量(质量分数) and 允许差. Rows show ranges like 0.010~0.060 with corresponding allowed differences of 0.004, 0.006, and 0.008.

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
b) 遵守本部分规定的程度;
c) 分析结果及其表示;
d) 测定中观察到的异常现象;
e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任意的操作。

钨铁 砷含量的测定 钼蓝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 的本部分规定了用钼蓝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砷量。

本部分适用于钨铁中砷含量的测定。钼蓝光度法测定范围(质量分数):0.010%~0.10%;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%~0.20%。

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。凡是注有日期的引用文件,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:钼蓝光度法

3.1 原理

试料以过氧化钠、碳酸钠熔融,浸出后在含酒石酸的硫酸溶液中通入硫化氢使砷与铜、锡等共沉淀分离,用硝酸、硫酸溶解,氧化后以氢氧化钠中和。以硫酸调节溶液酸度,加钼酸铵和硫酸胍反应生成钼蓝,于波长 810 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 碳酸钠,固体(无水)。
3.2.3 酒石酸,固体。
3.2.4 硝酸,ρ1.42 g/mL。
3.2.5 硫酸,ρ1.84 g/mL。
3.2.6 氢氧化铵,ρ0.90 g/mL。
3.2.7 硝酸,1+1。
3.2.8 硫酸,1+1。
3.2.9 硫酸,1+10。
3.2.10 氢氧化铵,1+1。
3.2.11 硫化氢,硫化亚铁和稀盐酸在启普发生器中发生反应制取。
3.2.12 氢氧化钠溶液,150 g/L。
3.2.13 高锰酸钾溶液,5 g/L。
3.2.14 钼酸铵溶液,10 g/L,称取 1 g 钼酸铵以水溶解并稀释至 100 mL。