

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.2—2007
代替 GB/T 7731.2—1987、GB/T 7731.16—1999

GB/T 7731.2—2007

钨铁 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法和 火焰原子吸收光谱法

Ferrotungsten—Determination of manganese content—
The periodate spectrophotometric method and
the flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
钨铁 锰含量的测定
高碘酸盐分光光度法和
火焰原子吸收光谱法
GB/T 7731.2—2007

*

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

*

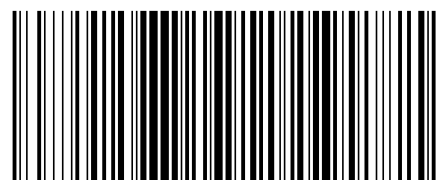
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2008年2月第一版 2008年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30611 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 7731.2—2007

2007-09-11 发布

2008-02-01 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

GB/T 7731 的本部分代替 GB/T 7731.2—1987《钨铁化学分析方法 高碘酸钠光度法测定锰量》和 GB/T 7731.16—1999《钨铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锰量》。

本部分与 GB/T 7731.2—1987 和 GB/T 7731.16—1999 比较,除有编辑上的修改外,对 GB/T 7731.2—1987 主要进行了以下技术修改:

- 测定范围由小于 0.50%,改为 0.05%~0.70%;
- 溶样由硝酸-氢氟酸分解后,硫酸冒烟驱氟,改为草酸-过氧化氢分解;
- 显色测定介质由硫磷混酸改为单一磷酸介质;
- 氧化剂由高碘酸钠改为高碘酸钾或高碘酸钠;
- 测定波长由 530 nm 改为 525 nm。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

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、王学元。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 7731.2—1987;
- GB/T 7731.16—1999。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

按表 3 称取试料,准确至 0.000 1 g。

表 3

锰含量(质量分数)/%	试料量/g
0.05~0.30	0.20
>0.30~0.70	0.10

4.5.2 空白试验

称取近似于试料中钨量的金属钨粉(4.2.1)并移取近似于试料中铁量的铁溶液(4.2.8),随同试料进行空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 的锥形瓶中,加入 3 mL~5 mL 水、2 g 草酸(4.2.2)、8 mL 过氧化氢(4.2.6),低温加热使试样溶解完全,取下。

4.5.3.2 加入 5 mL 盐酸(4.2.4)、50 mL 水,加热溶解盐类,加入 5 mL 氯化锶溶液(4.2.7),冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.3 取干过滤滤液或取上清液(4.5.3.2)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。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浓度(μg/mL)。

4.5.4 校准曲线的绘制

4.5.4.1 按空白试验(4.5.2)称取相应量的金属钨粉(4.2.1)和移取相应量的铁溶液(4.2.8)各 6 份分别置于 250 mL 锥形瓶中,依次加入 0、3.00 mL、6.00 mL、9.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 锰标准溶液(4.2.9),置于 250 mL 锥形瓶中,以后的步骤按 4.5.3.1~4.5.3.3 进行。

4.5.4.2 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,以锰浓度(μg/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,数值以%表示:

$$w(\text{Mn}) = \frac{(C - C_0) \times V}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

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

C₀——自校准曲线上查得的随同试料空白溶液中锰的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——最终测量试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m₀——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 4 所列允许差。

表 4

%(质量分数)

锰含量	允许差
0.05~0.15	0.015
>0.15~0.40	0.020
>0.40~0.70	0.030

钨铁 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法和 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 7731 的本部分规定了用高碘酸盐分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定锰含量。

本部分适用于钨铁中锰含量的测定,包括高碘酸盐分光光度法和火焰原子吸收光谱法。测定范围(质量分数):0.05%~0.70%。

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:高碘酸盐分光光度法

3.1 原理

试料用草酸-过氧化氢分解,以磷酸微冒烟驱除草酸和过氧化氢。在稀磷酸介质中,以高碘酸钾或高碘酸钠将锰氧化成高锰酸,在分光光度计上 525 nm 波长处测量其吸光度。

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(或高碘酸钠),固体。

3.2.2 草酸,固体。

3.2.3 过氧化氢,ρ1.10 g/mL。

3.2.4 磷酸,ρ1.70 g/mL。

3.2.5 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)高碘酸钾或高碘酸钠(3.2.1),并保持约 10 min。冷却,备用。

3.2.6 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。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。试样应通过 0.088 mm 筛孔。