



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.7—2008
代替 GB/T 7731.7—1987

钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

Ferrotungsten—Determination of tin content—
Phenylfluorone photometric method and inductively
coupled plasma-atomic emission spectrometry

2008-05-13 发布

2008-11-01 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 7731.7—1987《钨铁化学分析方法 苯基荧光酮光度法测定锡量》。

本部分与 GB/T 7731.7—1987 比较,其主要变化如下:

——新增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——采用标准文本格式进行了文字修订。

本部分附录 A 是资料性附录。

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、刘惠丽、张映霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7731.7—1987。

钨铁 锡含量的测定 苯基荧光酮光度法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

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

本部分规定了用苯基荧光酮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锡量。本部分适用于钨铁中锡含量的测定,测定范围(质量分数):0.01%~0.12%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本部分中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:苯基荧光酮光度法

3.1 原理

试料用硝酸-氢氟酸溶解,硫酸处理冒白烟,在含酒石酸的硫酸酸性溶液中,通入硫化氢使锡与铜、砷等共沉淀,进行分离。以硝酸和硫酸溶解,加硫酸锰和高锰酸钾使锡与二氧化锰共沉淀进行分离。用盐酸和过氧化氢溶解,加入酒石酸、草酸、聚乙烯醇掩蔽干扰元素,以氨水调节 pH 值,加入苯基荧光酮使锡生成锡-苯基荧光酮配合物,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 酒石酸,固体。
- 3.2.2 抗坏血酸,固体。
- 3.2.3 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。
- 3.2.4 硝酸, ρ 1.42 g/mL。
- 3.2.5 硫酸, ρ 1.84 g/mL。
- 3.2.6 过氧化氢, ρ 1.10 g/mL。
- 3.2.7 盐酸,1+1。
- 3.2.8 硝酸,1+1。
- 3.2.9 硫酸,1+1。
- 3.2.10 氨水, ρ 0.90 g/mL。
- 3.2.11 氨水,1+8。
- 3.2.12 硫化氢。
- 3.2.13 酒石酸洗涤液,取 1 g 酒石酸溶解于通入硫化氢饱和的 100 mL 硫酸(1+100)中。
- 3.2.14 硫酸锰溶液,20 g/L,称取 20 g 硫酸锰 $[\text{MnSO}_4 \cdot (4\sim 6)\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于水中,并稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.2.15 高锰酸钾溶液,30 g/L。