免费标准下载网(www.freebz.net)

前　　言

本标准非等效采用日本工业标准 JIS G 1316:1998《钨铁化学分析方法》第 9 章“锰量的测定方法 - 原子吸收法”。在试料的分解方面，本标准采用草酸-过氧化氢分解试料，加入二氯化锶消除硅的干扰。

GB/T 7731《钨铁化学分析方法》总标题下，包括若干独立部分，本标准为第 16 部分。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位：峨眉铁合金(集团)股份有限公司。

本标准主要起草人：唐华应、王学元。

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册,即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锰量

GB/T 7731.16—1999

Methods for chemical analysis of ferrotungsten—The flame atomic absorption spectrometric method for the determination of manganese content

1 范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定锰量。

本标准适用于钨铁中锰量的测定。测定范围:0.05%～0.70%。

2 方法提要

试样用草酸-过氧化氢分解,在一定酸度下,二氯化锶存在时,于原子吸收光谱仪,波长 279.5 nm 处,用空气-乙炔火焰,锰空心阴极灯作光源,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 金属钨粉(固体,锰含量应小于 0.005%)。

3.2 草酸(固体)。

3.3 盐酸(ρ=1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(2+98)。

3.6 过氧化氢(ρ=1.13 g/mL)。

3.7 二氯化锶溶液(50 g/L):称取 50 g 六水合二氯化锶,用适量水溶解,以水稀释至 1 000 mL。

3.8 铁溶液:称取 5.00 g 高纯铁(锰含量应小于 0.005%)于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.3)、150 mL 水,加热溶解完全。转入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 mgFe^{3+}。

3.9 锰标准溶液:

3.9.1 称取 1.582 4 g 预先在 105～110℃烘至恒量且保存在干燥器中的高纯 MnO_2(99.99%以上)于 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.3),加热溶解,蒸发至近干。用盐酸(3.5)溶解后,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 锰。

3.9.2 分取 25.00 mL 锰标准溶液(3.9.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1 mL 含 50.00 μg锰。

4 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,锰空心阴极灯。空气、乙炔气体要足够纯净以提供稳定清

国家质量技术监督局 1999-11-01 批准　　2000-08-01 实施

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册,即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标：

4.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液，测量10次吸光度，并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差应不超过该吸光度平均值的1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液)，测量10次吸光度，并计算其标准偏差。该标准偏差应不超过最高浓度校准溶液的平均吸光度值的0.5%。

4.2 特征浓度

本标准锰的特征浓度应小于0.10 μg/mL。

4.3 检出限

本标准锰的检出限应小于0.05 μg/mL。

4.4 校准曲线的线性

校准曲线按浓度等分为五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于0.8。

4.5 WFX-1D型仪器的工作条件参数见附录A(提示的附录)。

5 试样

试样应通过0.088 mm筛孔。

6 分析步骤

6.1 试料量

按表1称取试样。

表1 试料量

锰量，%	试料量，g
0.05～0.30	0.200 0
>0.30～0.70	0.100 0

6.2 空白试验

称取近似于试料量中钨量的金属钨粉(3.1)并移取近似于试料量中铁量的铁溶液(3.8)，随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于250 mL锥形瓶中，加入3～5 mL水、2 g草酸(3.2)、8 mL过氧化氢(3.6)，低温加热使试样溶解完全，取下。

6.3.2 加入5 mL盐酸(3.4)、50 mL水，加热溶解盐类，加入5 mL二氯化锶溶液(3.7)。冷却至室温，移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.3 将溶液(6.3.2)干过滤或取上清液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。将试样溶液的吸光度减去随同试样空白溶液的吸光度，从校准曲线上查出锰的浓度(μg/mL)。

6.4 校准曲线的绘制

6.4.1 按空白试验(6.2)称取相应量的金属钨粉(3.1)和移取相应量的铁溶液(3.8)各六份分别置于250 mL锥形瓶中，依次加入0.00、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00 mL锰标准溶液(3.9)，以下按6.3.1置于250 mL锥形瓶中，以后的步骤按6.3.2及6.3.3进行。

6.4.2 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。

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册,即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

7 分析结果的计算

按式(1)计算锰的百分含量：

$$Mn(\%)=\frac{(c-c_0)fV}{m_0\times10^6}\times100 \quad\cdots\cdots(1)$$

式中：c——自校准曲线上查得的试样溶液中锰的浓度，μg/mL；

c_0——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中锰的浓度，μg/mL；

f——稀释倍数；

V——最终测量试样溶液的体积，mL；

m_0——试料量，g。

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 %

锰量	允许差
0.05～0.15	0.012
>0.15～0.40	0.018
>0.40～0.70	0.025

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册,即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

附 录 A
（提示的附录）
WFX-1D 型原子吸收光谱仪的工作条件参数

WFX-1D 型原子吸收光谱仪的工作条件参数见表 A1。

表 A1

项目 / 元素	光源	波长 nm	灯电流 mA	狭缝宽度 mm	燃烧器高度 mm	空气/乙炔（流量比）
锰	锰空心阴极灯	279.5	5.0	0.2	10	5/1

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册,即可下载