

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定铜量

UDC 669.14/.15
:543.06
GB 223.53—87

Methods for chemical analysis
of iron, steel and alloy
The flame atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of copper content

本标准适用于铸铁、碳钢、低合金钢中铜量的测定。测定范围:0.005%~0.50%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸和硝酸分解,加高氯酸蒸发至冒烟后以水溶解盐类,试样溶液喷入空气-乙炔火焰中,用铜空心阴极灯作光源,于原子吸收分光光度计波长 324.7nm 处,测量其吸光度。

为消除基体影响,绘制校准曲线时,应加入与试样溶液相近的铁量。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ 1.19g/ml)。

2.2 硝酸(ρ 1.42g/ml)。

2.3 高氯酸(ρ 1.67g/ml)。

2.4 高氯酸(1+1)。

2.5 铁溶液:称取 10.00g 高纯铁(铜含量小于 0.0005%)置于 800ml 烧杯中,加 40ml 盐酸(2.1),滴加约 10ml 硝酸(2.2)溶解,待全溶后,移入 500ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 20mg 铁。

2.6 铜标准溶液

2.6.1 称取 1.0000g 纯铜(99.9%以上)置于 400ml 烧杯中,加 30ml 硝酸(1+1)溶解,待全溶后,移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 1.0mg 铜。

2.6.2 移取 10.00ml 铜标准溶液(2.6.1),置于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 100 μ g 铜。

3 仪器

原子吸收分光光度计,备有空气-乙炔燃烧器、铜空心阴极灯。空气、乙炔要足够纯净(不含水、油及铜),以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收分光光度计,均应达到下列指标。

3.1 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,其标准偏差,应不超过平均吸光度的 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,其标准偏差,应不超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

- 3.2 特征浓度:在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应小于 $0.10\mu\text{g}/\text{ml}$ 。
- 3.3 检出限:在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,铜的检出限应小于 $0.10\mu\text{g}/\text{ml}$ 。
- 3.4 校准曲线的线性:校准曲线上部 20% 浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下部 20% 浓度范围内斜率之比值,应不小于 0.7。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 0.5000g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 100ml 烧杯中,加 5ml 盐酸(2.1)、 $2\sim 3\text{ml}$ 硝酸(2.2),置于电热板上加热溶解,加入 5ml 高氯酸(2.3),加热至冒烟,取下冷却,加 20ml 水,加热溶解盐类。冷却,移入 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。试液中如有碳化物、硅酸等沉淀物析出,须干过滤。

4.3.2 将试样溶液在原子吸收分光光度计上,于波长 324.7nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。将试样溶液的吸光度和随同试样空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出铜的浓度 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

注:当铜量小于或等于 0.10% 时,用上述试液直接测定。当铜量大于 0.1% 时,酌情稀释 $5\sim 10$ 倍后测定。稀释时要保持原酸度,空白与试液稀释相同倍数。

4.4 校准曲线的绘制

于 6 个 100ml 容量瓶中,各加入与测定试液相近量的铁溶液(2.5),然后分别加入 $0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00$ 或 $0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00\text{ml}$ 铜标准溶液(2.6.2),各加入 10ml 高氯酸(2.4)用水稀释至刻度,混匀。

在原子吸收分光光度计上,于波长 324.7nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

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铜校准曲线系列溶液的净吸光度,以铜浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{(c_2 - c_1)fV}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中: c_2 ——自校准曲线上查得的试样溶液中铜的浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

c_1 ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中铜的浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

f ——稀释倍数;

V ——被测试样溶液的体积, ml ;

m_0 ——试样量, g 。

6 精密度

精密度表

水平, $\%(m/m)$	重复性 r	再现性 R
0.005~0.50	$\lg r = -1.2751 + 0.9225 \lg m$	$\lg R = -1.0637 + 0.9088 \lg m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一仪器,并

在短期内,对相同试样所作两个单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样各作单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人于风莲、李锦文。

本标准水平等级标记 GB 223.53—87 I