



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.3—2008

代替 GB/T 7731.3—1987、GB/T 7731.15—1999

钨铁 铜含量的测定 双环己酮草酰二脒 光度法和火焰原子吸收光谱法

Ferrotungsten—Determination of copper content—
Bis(cyclohexanone) oxalyldihydrazone photometric method and
flame atomic absorption spectrometric method

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

本部分是对 GB/T 7731.3—1987《钨铁化学分析方法 双环己酮草酰二脲光度法测定铜量》和 GB/T 7731.15—1999《钨铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 7731.3—1987 和 GB/T 7731.15—1999。

本部分与 GB/T 7731.3—1987 和 GB/T 7731.15—1999 比较,主要进行了以下修改:

——测定范围(质量分数)由 $\leq 0.25\%$ 修改为 $0.030\% \sim 0.25\%$;

——铜含量(质量分数)由 0.080% 允许差为 0.008% 修改为 $0.030\% \sim 0.080\%$ 允许差为 0.008% 。

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: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、马勤、刘冰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7731.3—1987;

——GB/T 7731.15—1999。

钨铁 铜含量的测定 双环己酮草酰二脲 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

本部分规定了双环己酮草酰二脲光度法和火焰原子吸收光谱法测定铜含量。

本部分适用于钨铁中铜含量的测定。双环己酮草酰二脲光度法测定范围(质量分数):0.030%~0.25%;火焰原子吸收光谱法测定范围(质量分数):0.020%~0.25%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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 双环己酮草酰二脲光度法

3.1 原理

试料以氢氟酸和硝酸分解,高氯酸处理冒白烟后,以水溶解可溶性盐类,分离出大部分钨后,以柠檬酸和氢氧化铵调节酸度,加 BCO 反应后于波长 600 nm 处测量其吸光度,从校准曲线上查出相应的铜量。

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 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.2 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.3 硝酸,1+1。

3.2.4 氢氧化铵,1+1。

3.2.5 高氯酸铁溶液:称取 0.5 g 电解铁,置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),盖上表皿,滴加过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)使其分解再过量 5 mL,加热蒸发至体积约为 5 mL,冷却,用 25 mL 盐酸(10+6)将其移于 200 mL 分液漏斗中,加入 30 mL 甲基异丁基酮,振荡约 1 min,静置分层,下层水相移入原烧杯中。在分液漏斗中加入 10 mL 水,再加入 30 mL 甲基异丁基酮,振荡约 1 min,静置分层。将水相移于原烧杯中,弃去有机相,在溶液中加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),加热挥发大部分有机相,加入 5 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL),20 mL 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),加热蒸发至冒高氯酸浓白烟,继续加热约 3 min 至溶液清亮,冷却后,以水稀释至 100 mL,混匀。此溶液 1 mL 约含 5 mg 铁。

3.2.6 柠檬酸溶液,200 g/L。

3.2.7 双环己酮草酰二脲(BCO)溶液,0.5 g/L,称取 0.25 g BCO 置于烧杯中,加入 20 mL 甲醇和数毫升水,边用玻璃棒压碎 BCO 边加热溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混