



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.70—2008
代替 GB/T 223.70—1989

钢铁及合金 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of iron contents—
o-Phenanthroline spectrophotometric 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 铁 含 量 的 测 定
邻 二 氮 杂 菲 分 光 光 度 法
GB/T 223.70—2008

*

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 0.5 字数 9 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-32347 定价 10.00 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

前 言

GB/T 223 的本部分代替 GB/T 223.70—1989《钢铁及合金化学分析方法 邻菲罗啉分光光度法测定铁量》。

本部分与 GB/T 223.70—1989 相比较主要进行了以下修改：

- 修改了本部分的名称；
- 增加了分析中对试剂和水的说明内容并修改溶液浓度的表示方法；
- 修改了称取试样量表示；
- 修改了结果计算式及式中量的表示；
- 规范了对精密度函数式的说明。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：中国钢研科技集团公司、大冶钢厂。

本部分主要起草人：罗倩华、王玉兴、叶本启。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

GB 223.73(三)—1981、GB 223.70—1989。

钢铁及合金 铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

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 223 的本部分规定了用邻二氮杂菲分光光度法测定铁含量。

本部分适用于高温合金和精密合金中质量分数为 0.10%~1.00%铁量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 原理

试样经酸溶解后,用高氯酸冒烟氧化铬,并使铈酸、锆酸等充分脱水,再用氨水沉淀铁,使其与镍、铬等元素分离。以稀盐酸溶解氢氧化铁。于微酸性溶液中,用抗坏血酸将铁还原成二价。二价铁与邻二氮杂菲生成橘红色络合物,测量其吸光度。

4 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。
- 4.2 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,稀释为 1+1。
- 4.3 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,稀释为 5+95。
- 4.4 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。
- 4.5 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL,稀释为 1+1。
- 4.6 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。
- 4.7 氨水, ρ 约 0.90 g/mL。
- 4.8 氨水, ρ 约 0.90 g/mL,稀释为 1+1。
- 4.9 氨水, ρ 约 0.90 g/mL,稀释为 5+95。
- 4.10 柠檬酸铵溶液,300 g/L。
- 4.11 抗坏血酸溶液,50 g/L,用时现配。
- 4.12 邻二氮杂菲溶液,2.5 g/L。
- 4.13 铁标准溶液

4.13.1 铁储备液,100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取 0.100 0 g 纯铁(基准物质)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(1+4),低温溶解,滴加硝酸(4.4)氧化。蒸发至冒硫酸白烟,取下稍冷,用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,再蒸发至冒硫酸白烟。取下稍冷,加水溶解铁盐,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

4.13.2 铁标准溶液,20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。移取 50.00 mL 铁储备液(4.13.1)置于 250 mL 容量瓶中,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

5 仪器

通常使用普通实验室设备及下列仪器:

5.1 分光光度计,适合在 500 nm 处,用 2 cm(或 1 cm)吸收皿测定溶液的吸光度。

6 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的钢国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.200 g 试样,精确至 0.1 mg。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL~20 mL 溶样酸[高温合金试样用盐酸(4.1)滴加硝酸(4.4)或适宜比例的盐酸(4.1)-硝酸(4.4)混合酸;精密合金试样一般用硝酸(4.5)或适宜比例的硝酸(4.4)-盐酸(4.1)混合酸],盖上表面皿,微热(溶液温度不超过 105 $^{\circ}\text{C}$)至试样完全溶解。

7.3.2 用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,加入 8 mL~10 mL 高氯酸(4.6),加热至冒烟,并回流 4 min~5 min[如试样铌、锆含量(质量分数)高于 0.1%时,加 12 mL 高氯酸(4.6)回流约 10 min]。

7.3.3 取下烧杯,稍冷,加入 200 mL 热盐酸(4.3)溶解可溶性盐类。加热至 60 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$,搅拌,滴加氨水(4.7)至刚出现氢氧化物沉淀后,迅速一次地加入 15 mL~20 mL 氨水(4.7),不断搅拌使钨酸等全部溶解,加热煮沸 5 min[如试样中钨、钼含量(质量分数)高于 2%,应再加 10 mL 氨水(4.7),搅拌,加热 2 min~3 min,但不要煮沸]。稍静置,用快速滤纸过滤,用热氨水(4.9)洗涤烧杯。如杯壁有沉淀,用带橡皮头的玻璃棒擦净,全部移至滤纸上,用热氨水(4.9)洗涤沉淀(7~10)次,再用热水洗涤(1~2)次。

7.3.4 用 30 mL 热盐酸(4.2)分(3~5)次将氢氧化铁沉淀溶解于原烧杯中,用热盐酸(4.3)洗涤滤纸(5~6)次,溶液冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。如溶液浑浊,可用慢速滤纸干过滤。

7.3.5 移取 10.00 mL~20.00 mL 试液(7.3.4),使铁量在 40 μg ~200 μg ,置于 100 mL 容量瓶中。

7.3.6 加入 3 mL 柠檬酸铵溶液(4.10),用氨水(4.8)和盐酸(4.2)调节溶液 pH 值为(3~5)(刚果红试纸呈现红色)。加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.11),混匀,稍放置,再加入 10.0 mL 邻二氮杂菲溶液(4.12),混匀,用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

7.3.7 将部分显色液移入(1~2)cm 吸收皿中,以随同试样空白溶液为参比,于分光光度计波长 500 nm 处测量其吸光度。

7.3.8 从校准曲线上查出显色液中相应的铁量(μg)。

7.4 校准曲线的绘制

移取 0,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 铁标准溶液(4.13.2),分别置于 100 mL 容量瓶中。以下按分析步骤 7.3.6~7.3.7 进行,但以试剂空白为参比测量其吸光度。

以铁的质量(μg)为横坐标,吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

8 结果的计算

按式(1)计算铁的质量分数 w_{Fe} ,数值以 10^{-2} 或 % 表示:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——从校准曲线上查得铁质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试样量的数值,单位为克(g)。

9 精密度

本部分的精密度试验是在 1988 年由 7 个实验室,对 6 个水平的铁含量进行测定。每个实验室对每个铁的水平,按照 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A。原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 精密度结果

铁的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
0.10~1.00	$\lg r = -1.440\ 5 + 0.733\ 7 \lg m$	$R = 0.021\ 31 + 0.030\ 0\ m$
式中: m 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。		

重复性限(r)、再现性限(R)按以上表 1 给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过 5% 为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过 5% 为前提。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

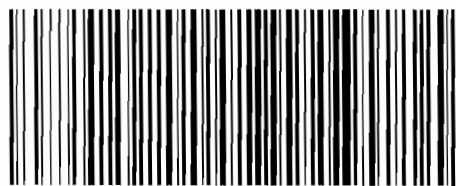
- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- 遵守本部分规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任意的操作。

附 录 A
(资料性附录)
精密度试验原始数据

A.1 精密度试验原始数据见表 A.1。

表 A.1

实验室	铁含量(质量分数)/%					
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5	水平-6
1	0.122	0.238	0.400	0.442	0.625	1.055
	0.120	0.242	0.408	0.432	0.625	1.055
	0.122	0.235	0.412	0.445	0.630	1.070
2	0.115	0.234	0.417	0.441	0.632	1.088
	0.119	0.235	0.114	0.440	0.636	1.090
	0.119	0.234	0.413	0.134	0.622	1.090
3	0.130	0.256	0.412	0.440	0.672	1.120
	0.132	0.250	0.416	0.456	0.680	1.160
	0.130	0.248	0.430	0.460	0.680	1.141
4	0.126	0.223	0.412		0.645	1.075
	0.119	0.233	0.116	—	0.633	1.090
	0.138	0.221	0.432		0.663	1.113
5	0.115	0.230	0.405	0.444	0.640	1.055
	0.115	0.240	0.418	0.438	0.630	1.075
	0.120	0.240	0.410	0.442	0.630	1.055
6	0.110	0.240	0.405	0.440	0.630	1.075
	0.112	0.234	0.395	0.422	0.645	1.060
	0.116	0.244	0.395	0.440	0.615	1.090
7	0.143	0.256	0.430	0.450	0.632	1.080
	0.137	0.236	0.424	0.455	0.635	1.110
	0.138	0.249	0.426	0.447	0.628	1.080



GB/T 223.70-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32347

定价: 10.00 元