



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.55—2008
代替 GB/T 223.55~223.56—1987

钢铁及合金 碲含量的测定 示波极谱法

Iron, steel and alloy—Determination of tellurium content—
Oscillo-polarographic 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

GB/T 223 的本部分是对 GB/T 223.55—1987《钢铁及合金化学分析方法 示波极谱(直接)法测定砷量》和 GB/T 223.56—1987《钢铁及合金化学分析方法 巯基棉分离-示波极谱法测定砷量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 223.55—1987 和 GB/T 223.56—1987。

本部分与 GB/T 223.55—1987、GB/T 223.56—1987 相比较,主要进行了以下修改:

- 增加了分析中对试剂和水的说明内容及标准溶液的标题并修改溶液浓度的表示方法;
- 修改称取试料量表示;
- 修改“表 1”中砷的质量分数范围;
- 修改砷标准溶液的加入量并删除“标准加入法”的有关内容;
- 修改结果计算式及式中量的表示;
- 改正了方法二中的错误:砷含量为 0.000 04%~0.000 10% 的允许差由“0.000 40%”改为“0.000 040%”;
- 方法二中增加了 0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的砷标准溶液。

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。

本部分负责起草单位:中国钢研科技集团公司。

本部分主要起草人:王明海、张月霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 223.55—1987;
- GB/T 223.56—1987。

钢铁及合金 砷含量的测定

示波极谱法

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

GB/T 223 的本部分规定了用示波极谱(直接)法和巯基棉分离-示波极谱法测定钢铁及合金中的砷含量。

本部分示波极谱(直接)法适用于纯铁、生铸铁及低合金钢中质量分数 0.001%~0.050% 砷含量的测定;本部分巯基棉分离-示波极谱法适用于生铸铁,高、中、低合金钢及高温合金中质量分数为 0.000 04%~0.001% 的砷含量的测定。

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 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法一:示波极谱(直接)法

3.1 原理

用盐酸硝酸分解试料,蒸发除尽硝酸,在硫酸-氯化钠-盐酸羟胺混合底液中,砷(IV)在峰电位 -0.78 V (对饱和甘汞电极)处,有一稳定、灵敏的示波极谱电流峰。测量其导数电流峰高,砷的浓度在 0.20 $\mu\text{g}/25\text{ mL}$ ~15 $\mu\text{g}/25\text{ mL}$ 范围内,峰高与浓度成正比。

75 mg 钙(II),50 mg 镁(II)、钴(II),15 mg 铁(III),10 mg 锌(II),5 mg 铅(II)、铝(III),2.5 mg 铬(III)、铈(I)、锆(IV),2.0 mg 锰(II)、钼(VI),1.0 mg 铜(II)、镍(II),0.5 mg 砷(III)、铍(II)、铋(III)、镉(II)、镓(III)、铟(III)、铌(V)、锡(IV)、钽(V)、钛(IV)、钒(V),250 μg 铈(III),50 μg 银(I)、金(III)、锡(II)、钨(VI),100 μg 铈(IV),15 μg 铬(IV),5 μg 铈(VII)存在,不干扰 2.5 μg 砷(IV)的测定。硒(IV)严重干扰,可加入氢溴酸蒸发除去。凡未超过上述限量者,试样经处理后,可以直接测定其中砷含量。

3.2 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相当纯度的水。

3.2.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。

3.2.2 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。

3.2.3 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。

3.2.4 氢溴酸, ρ 约 1.49 g/mL。

3.2.5 硫酸,1+1。取 100 mL 水,置于有刻度的 250 mL 烧杯中,缓缓加入 100 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL),边加边搅拌,冷却后,用水稀释至 200 mL 刻度处,搅匀,放入试剂瓶中,备用。

3.2.6 氯化钠溶液,300 g/L。