

ICS 77.080.01

H 11



团体标准

T/CSTM 00054-2018

全国团体标准信息平台

钢铁 锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Steel and iron—Determination of strontium content—
flame atomic absorption spectrometric method

CSTM标准文件授权使用

全国团体标准信息平台

2018-10-16 发布

2019-01-01 实施

中关村材料试验技术联盟 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。
本标准由中国材料与试验团体标准委员会综合领域委员会提出。
本标准由中国材料与试验团体标准委员会综合领域委员会归口。

CSTM标准公布使用
全国团体标准信息平台

钢铁 铈含量的测定 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，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用氧化亚氮-乙炔火焰原子吸收光谱法测定铈含量的方法。
本标准适用于钢铁中质量分数为 0.005%~0.5%铈的含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法（GB/T 20066-2006，ISO 14284:1996，IDT）

3 原理

用盐酸、硝酸分解试料，冒高氯酸烟。将试样溶液吸喷到氧化亚氮-乙炔火焰中，用铈空心阴极灯做光源，于原子吸收光谱仪 460.7nm 波长处测量吸光度。计算铈的质量分数。

4 试剂

4.1 盐酸， ρ 约 1.19g/mL。

4.2 硝酸， ρ 约 1.42g/mL。

4.3 高氯酸， ρ 约 1.67g/mL。

4.4 盐酸， ρ 约 1.19g/mL，稀释为 1+1。

4.5 铁溶液，100mg/mL

称取 10.0g 含铈很低量的纯铁，置于 250mL 烧杯中，加入 40mL 盐酸（4.4），加热溶解，加 5mL 硝酸（4.2）氧化铁，冷却后移入 100mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，混匀。

此溶液 1mL 含铁 100mg。

4.6 铈标准溶液

4.6.1 铈储备液，1000 μ g/mL

称取 1.658g 碳酸铈（质量分数大于 99.9%），置于 250mL 烧杯中，加入 30mL 盐酸（4.4），加热溶解，赶除二氧化碳，冷却后转移到 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1mL 含 1000 μ g 铈。

4.6.2 铈标准溶液，50.0 μ g/mL

分取 50.00mL 铯储备液 (4.6.1), 置于 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。
此溶液 1mL 含 50.0 μg 铯。

5 仪器

5.1 火焰原子吸收光谱仪

火焰原子吸收光谱仪, 备有氧化亚氮-乙炔火焰燃烧器, 铯空心阴极灯。附带数据读取系统和背景校正装置。氧化亚氮-乙炔气体应纯净, 能提供清澈稳定的贫燃火焰。所用火焰原子吸收光谱仪应满足下列指标:

5.1.1 灵敏度最低要求

在与测试溶液的基体相一致的溶液中, 铯的检出限应小于 0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 特征浓度应低于 0.15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.1.2 工作曲线线性

将工作曲线按浓度等分成五段, 最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比应不小于 0.7。

5.1.3 精密度最低要求

用最高浓度的标准溶液, 测量十次吸光度, 计算其平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.5%。

用最低浓度的标准溶液 (不是浓度为零的标准溶液), 测量十次吸光度, 计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

6 取制样

按 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料

如下称取试样, 精确至 0.1mg。

- 铯含量在 0.005%~0.1% 范围内, 称取 0.50g。
- 铯含量 >0.1%~0.5%, 称取 0.10g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试样溶液的制备

将试料置于 100mL 烧杯中, 加 10mL 盐酸 (4.1)、2mL 硝酸 (4.2), 加热溶解。加 2mL 高氯酸 (4.3), 加热至冒高氯酸烟, 取下稍冷。用少量水冲洗杯壁, 继续蒸发至呈湿盐状。取下稍冷, 加 5mL 盐酸 (4.4) 和 20mL 水, 加热溶解盐类, 冷却至室温。用快速滤纸过滤于 50mL 容量瓶中, 用水洗净滤纸并稀释至刻度, 混匀。

7.3.2 测量

将试样溶液喷入原子吸收光谱仪的氧化亚氮-乙炔火焰中, 于波长 460.7 nm 处, 用水调零, 测量铯

的吸光度。从校准曲线上查出锶的浓度。

7.4 校准曲线的绘制

7.4.1 校准溶液的制备

分取 0、0.50mL、1.00mL、3.00mL、5.00mL、7.00mL、10.00 mL 标准溶液 (4.6.2)，分别置于 100mL 烧杯中，加入与试液中相近量的铁，按操作步骤处理。转移到 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.4.2 校准曲线的绘制

将校准溶液喷入原子吸收光谱仪的氧化亚氮-乙炔火焰中，于 460.7nm 波长处，测量锶的吸光度。每一溶液的平均吸光度减去零浓度溶液的平均吸光度为锶的净吸光度。以锶的浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

8 结果计算

锶的含量以锶的质量分数 w_{Sr} 计，数值以%表示，按式 (1) 计算：

$$w_{Sr} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ρ —自校准曲线上查得的试样溶液中锶的浓度，单位为微克/毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- ρ_0 —自校准曲线上查得的空白溶液中锶的浓度，单位为微克/毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- V —测量试液的体积，单位为毫升 (mL)；
- m —试料的质量的数值，单位为克 (g)。

9 允许差

平行测定结果间的差值应不大于表1所列的允许差。

表 1 允许差

| 锶的质量分数 % | 允许差 % |
|--------------|----------|
| 0.005~0.020 | 0.002 |
| >0.020~0.050 | 0.003 |
| >0.050~0.100 | 0.005 |
| >0.10~0.50 | 0.01 |

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 识别样品、实验室及分析日期所需的全部资料；
- b) 引用本部分所用的方法；
- c) 结果及表达形式；
- d) 测量过程中观察到的异常现象；
- e) 任何本部分中未规定的操作，或任何可能影响结果的操作；
- f) 试验日期。