

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0561—1996

上海市技术监督研究所
登记号 QT973630

出口天然鳞片石墨中酸溶铁含量 原子吸收测定方法

Determination of acid-soluble iron content
in natural graphite for export—Flame atomic
absorption spectrometric method

1996-09-25 发布

1997-01-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

前 言

本标准是根据我国实施的标准化工作导则 GB/T 1.1—1993 的要求起草的。本标准采用原子吸收光谱法是对 GB 3521—83《石墨化学分析方法》测定酸溶铁量标准的补充,达到快速、准确的目的,适应了外贸发展的需要。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国河北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人:范素珍、郭秀一、李宝杰、程书建。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口天然鳞片石墨中酸溶铁含量 原子吸收测定方法

SN/T 0561—1996

Determination of acid-soluble iron content in
natural graphite for export—Flame atomic
absorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了天然鳞片石墨中酸溶铁含量的测定方法。

本标准适用于天然鳞片石墨中酸溶铁含量的测定。测定范围:0.01%~1.25%。

2 引用标准

GB 3521—83 石墨化学分析方法

3 方法原理

试料中的酸溶铁用盐酸(1+1)溶解,在盐酸介质中,于原子吸收分光光度计波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰测量铁的吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(1+1)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 盐酸(1+99)。

4.5 铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 高纯铁(99.99%)于烧杯中,加 50 mL 水,50 mL 硝酸(4.2),盖上表面皿,加热至完全溶解;然后,加水 20 mL,煮沸,驱除氮的氧化物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

4.6 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(4.5)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铁。

5 仪器

原子吸收分光光度计,附铁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.1 μ g/mL。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

6 分析步骤

6.1 试样

称取 0.500 0 g 试料(试料应在 105~110℃烘干)。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,用少量水湿润,加 30 mL 盐酸(4.1),用玻璃棒搅拌试料,使之完全浸入酸中,盖上表皿,放在电热板上保持近沸 1.5 h。取下,冷却后,用定性滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)洗净烧杯,并洗涤沉淀至无铁离子为止,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 含铁低于 0.25% 的试料,用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计 248.3 nm 处,以水调零,测量试液(6.3.1)的吸光度。

6.3.3 含铁高于 0.25% 的试料,应移取上述试液(6.3.1)10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计 248.3 nm 处,以水调零,测量其吸光度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 准确移取铁标准溶液(4.6)1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,分别加入硝酸溶液(4.3)2 mL,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在与试料溶液(6.3.1)测定相同条件下测量标准溶液的吸光度,以铁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: C ——从工作曲线上查得的被测试液的铁浓度, $\mu\text{g/mL}$;

C_0 ——从工作曲线上查得的试料空白溶液的铁浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的总体积, mL;

V_1 ——移取试液的体积, mL;

V_2 ——被测试液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

8 精密度(Fe%)

水平范围	重现性 r	再现性 R
0.5%以下	0.005	0.01
0.5%以上	0.007	0.02



SN/T0561-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷 书号:155066·2-11247