

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T4726.13—××××

含铁尘泥 钾和钠含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Ferric-containing dust and sludge - Determination of potassium and sodium
contents - Flame atomic absorption spectrophotometric method

(报批稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

前言

本文件按GB/T1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

YB/T4726 已经发布了以下部分：

- 第1部分：含铁尘泥 锌含量的测定 EDTA 标准溶液滴定法
- 第2部分：含铁尘泥 氯离子含量的测定 硝酸银滴定法
- 第3部分：含铁尘泥 二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法
- 第4部分：含铁尘泥 硅含量的测定 硫酸亚铁铵还原-硅钼蓝分光光度法
- 第5部分：含铁尘泥 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法
- 第6部分：含铁尘泥 硫含量的测定 红外线吸收法
- 第7部分：含铁尘泥 全铁含量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法
- 第8部分：含铁尘泥 碳含量的测定 红外线吸收法
- 第9部分：含铁尘泥 氧化钙含量的测定 络合滴定法
- 第10部分：含铁尘泥 氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法
- 第11部分：含铁尘泥 氧化亚铁含量测定 重铬酸钾滴定法
- 第12部分：含铁尘泥 氧化锰含量的测定 高碘酸钾（钠）分光光度法

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本文件起草单位：舞阳钢铁有限责任公司、张家港宏昌钢板有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：李杰、余景明、陈淑云、武玉卿、田云霞、仇金辉、舒清波、王姜维、赵希文、张若鹏、张红宇、陈剑。

含铁尘泥 钾和钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警告—使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件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

本文件规定了采用火焰原子吸收光谱法测定含铁尘泥中钾和钠的原理、试剂、仪器设备、制取样、分析步骤、精密度和实验报告。

本文件适用于含铁尘泥中钾和钠含量的测定，测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	含量（质量分数）/%
K	0.10~11.0
Na	0.10~4.0

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。凡是不注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则手工制样方法

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第二部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7728 冶金产品化学分析火焰原子吸收分光光谱法通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用盐酸、硝酸、氢氟酸分解，蒸发至近干，用盐酸溶解盐类，稀释定容。在原子吸收光谱仪上，采用空气-乙炔火焰，分别在波长 766.5nm 和 589.0nm 处测量钾、钠的吸光度，采用校准曲线法分别计算钾和钠的含量。

5 试剂

除另有说明外，在分析中仅使用认可的优级纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级及以上的水。

5.1 盐酸， ρ 1.19g/mL。

5.2 硝酸， ρ 1.42g/mL。

5.3 氢氟酸， ρ 1.13g/mL。

5.4 氧化铁：纯度 ≥ 99.95

5.5 氯化钾：工作基准试剂。

5.6 氯化钠：工作基准试剂。

5.7 底液， $4000\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取 5.7g 氧化铁（见 5.4），溶解于 50mL 盐酸（见 5.1）中，加热溶解，冷却，以水稀释至 1000mL，混匀。

5.8 钾标准储备液， $1000\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 3g 氯化钾（见 5.5）研碎，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 2h 后置于干燥器中冷却至室温，称取 1.9070g 溶于水中，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。也可直接采用有效期内的有证标准溶液。

5.9 钾标准溶液， $100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

移取 25.0mL 钾标准储备液（见 5.8）至 250mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.10 钠标准储备液， $1000\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取 3g 氯化钠（见 5.6）研碎，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 2h 后置于干燥器中冷却至室温，称取 2.5421g 溶于水中，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。也可直接采用有效期内的有证标准溶液。

5.11 钠标准溶液， $100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

移取 25.0mL 钠标准储备液（见 5.10）至 250mL 塑料容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

6 仪器和器皿

6.1 烘箱：温度可控制在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.2 聚四氟乙烯（PTFE）烧杯，容量 100mL。

6.3 铂金坩埚，30mL。

6.4 塑料容量瓶，100mL，250mL。

6.5 原子吸收光谱仪，配备有空气-乙炔燃烧器、钾空心阴极灯、钠空心阴极灯。符合 GB/T7728 对原子吸收光谱仪性能的规定。

6.6 单标线容量瓶、分度吸量管及单标线移液管应分别符合 GB/T12806、GB/T12807 和 GB/T12808 的规定。

7 制样和取样

按照 GB/T 2007.2 中的方法制备试样。试样粒度不大于 0.125mm。将过筛后的试样置于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱（见 6.1）中干燥 1h，取出置于干燥器中冷却至室温后再称取。

8 分析步骤

警示—应按照原子吸收光谱仪制造商的说明去点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器，以避免可能的爆炸危险。在进行试样分解的操作过程中应戴上有色护目镜。

8.1 试样量

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

8.2 测定次数

对同一试样，在同一实验室，应由同一操作者至少独立测定二次。

8.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

8.4 测定

8.4.1 试样分解

将试料（见 8.1）置于聚四氟乙烯烧杯中（见 6.2）中，加少量水润湿，依次加入 10mL 盐酸（见 5.1）、2mL 硝酸（见 5.2）、5mL 氢氟酸（见 5.3），低温缓慢加热溶解，继续加热至近干，再加入 5mL 盐酸（见 5.1）加热，再次蒸至近干，取下稍冷，加入 5mL 盐酸（见 5.1）、20mL 水，低温加热至盐类溶解，取下冷却，用中速定量滤纸过滤至 100mL 塑料容量瓶中，用水洗净烧杯及滤纸，稀释至刻度，混匀。

8.4.2 试液的分取

当试样中钾、钠含量大于 1.0% 时，则需要稀释试液。按表 2 分取试液到 100mL 塑料容量瓶中、并补加底液（见 5.7）和盐酸（见 5.1），用水稀释至刻度，混匀。

表 2 试液的分取

钾（质量分数）/%	钠（质量分数）/%	分取量/mL	补加底液量/mL	补加盐酸量/mL
0.10~1.0	0.10~1.0	---	---	---
> 1.0~4.0	> 1.0~4.0	25	7.5	2.5
> 4.0~7.0	---	10	9.0	4.0
> 7.0~11.0	---	5	9.5	4.5

8.4.3 校准曲线溶液的配制

用移液管分别准确移取 0、100 μ g、200 μ g、400 μ g、700 μ g、1000 μ g 钾标准溶液（见 5.9）和 0、100 μ g、200 μ g、400 μ g、700 μ g、1000 μ g 钠标准溶液（见 5.11）于 100mL 塑料容量瓶中。向每个容量瓶中移取 10mL 底液（见 5.7），5mL 盐酸（见 5.1）用水稀释至刻度，混匀。

注：可根据实际情况分别单独配制适合测定的钾、钠校准曲线。

8.4.4 测量

8.4.4.1 钾的测定

按照火焰原子吸收光谱仪仪器操作说明书，固定适用燃烧器，空心阴极灯预热 15min 后，点燃火焰，设定钾波长 766.5nm，喷入最高浓度的钾校准溶液，调节气体流量和燃烧头，以得到最大吸光度，然后用水调零，按 GB/T7728 对原子吸收光谱仪性能的规定优化仪器工作状态。

按照浓度递增的顺序，依次吸入空白试液（见 8.3）、系列校准溶液（见 8.4.3）和试液（见 8.4.2），于 766.5nm 处测定吸光度。每个样品至少重复测定 2 次，取平均值。以系列校准溶液中钾的含量为横坐标，以钾校准溶液的吸光度值扣除零含量钾校准溶液的吸光度值得到净吸光度值为纵坐标，绘制校准曲线。

8.4.4.2 钠的测定

按照火焰原子吸收光谱仪仪器操作说明书，固定适用燃烧器，空心阴极灯预热 15min 后，点燃火焰，设定钠波长 589.0nm，喷入最高浓度的钠校准溶液，调节气体流量和燃烧头，以得到最大吸光度，然后用水调零，按 GB/T7728 对原子吸收光谱仪性能的规定优化仪器工作状态。

按照浓度递增的顺序，依次吸入空白试液（见 8.3）、系列校准溶液（见 8.4.3）和试液（见 8.4.2），于 589.0nm 处测定吸光度。每个样品至少重复测定 2 次，取平均值。以系列校准溶液中钠的含量为横坐标，以钠校准溶液的吸光度值扣除零含量钠校准溶液的吸光度值得到净吸光度值为纵坐标，绘制校准曲线。

8.4.5 计算

根据试液的吸光度值扣除空白试液的吸光度值得到的净吸光度值，在校准曲线上计算相应试液中钾和钠的含量。

9 分析结果计算

9.1 按式（1）计算试样中分别计算钾、钠的含量（质量分数），数值以%表示。

$$\omega = \frac{m_1 \times 100 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 —分取试液中钾和钠的含量，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

m —试样量，单位为克（g）；

V —分取试液的体积，单位为毫升（mL），若没稀释，则 $V=100\text{mL}$ 。

9.2 按式（2）和式（3）计算氧化钾、氧化钠含量（质量分数），数值以%表示

$$\omega_{k20} = \omega_k \times 1.2046 \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega_{Na2O} = \omega_{Na} \times 1.3480 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

1.2046—钾换算成氧化钾的换算系数；

1.3480—钠换算成氧化钠的换算系数。

10 精密度

本文件的精密度于2021年由7个实验室，对5个不同水平的样品进行精密度试验，每个实验室对每个水平独立测试3次，按GB/T6379.1和GB/T6379.2统计方法确定的钾和钠的精密度见表3和表4。

表 3 方法的精密度(K) %

K 含量（质量分数/%）	重复性限 r	再现性限 R
0.10~11.0	$\text{lg}r=-1.5655+0.7457\text{lg}m$	$\text{lg}R = -0.8391+0.4730\text{lg}m$
式中：m 是两次分析结果的平均值（质量分数）		

表 3 方法的精密度(Na) %

Na 含量（质量分数/%）	重复性限 r	再现性限 R
0.10~4.0	$\text{lg}r=-1.4291+0.9739\text{lg}m$	$\text{lg}R = -0.9486+1.0289\text{lg}m$
式中：m 是两次分析结果的平均值（质量分数）		

当两次独立分析结果差值的绝对值不大于r时,则取其算术平均值 μ 作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于r时,按附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。分析结果按GB/T 8170 的规定修约,原始结果见附录B。

附录 A
(规范性)
试验样分析值接受程序流程图

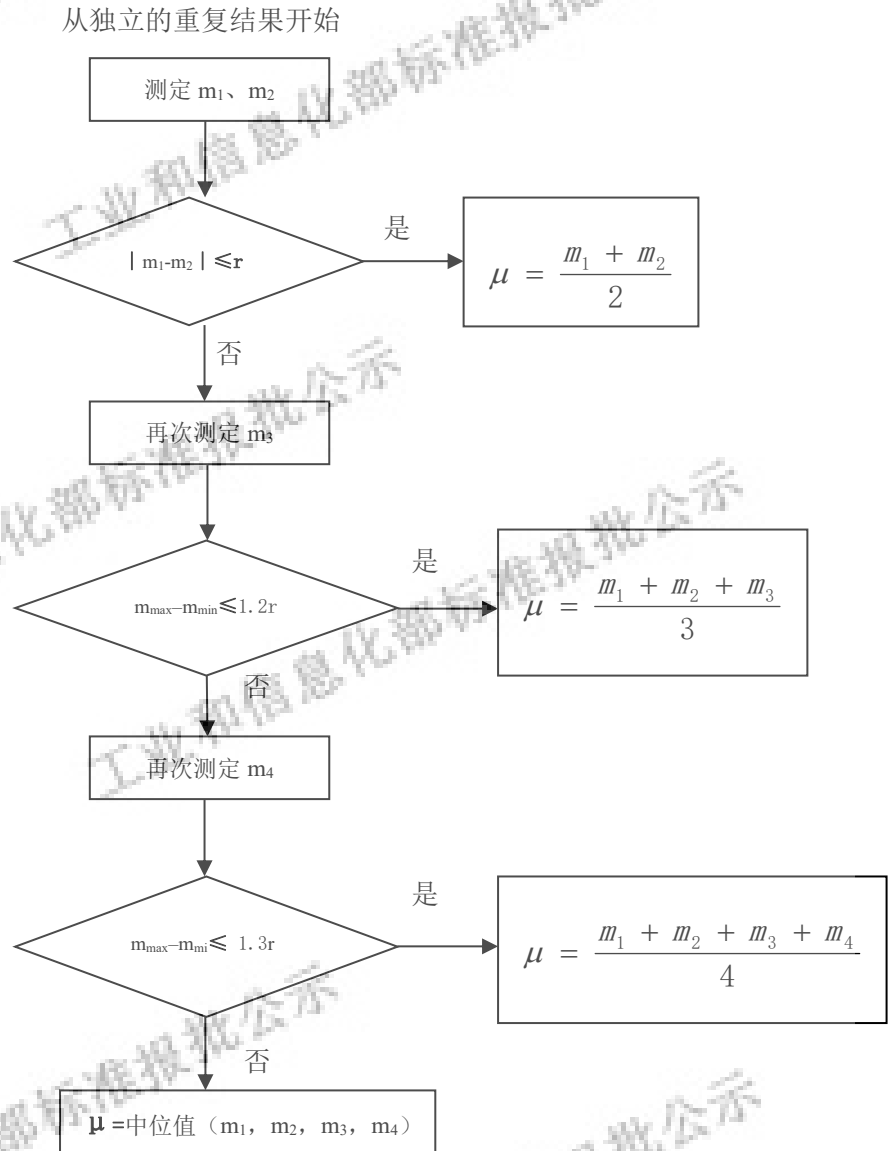


图 A.1 试验样分析值接受程序流程图

附录 B

(资料性)

精密度试验用试样

表 B1 火焰原子吸收光度法原始数据 (K) %

实验室	水平				
	1	2	3	4	5
1	0.290	1.481	4.462	7.750	10.460
	0.280	1.476	4.498	7.660	10.290
	0.292	1.462	4.563	7.700	10.380
2	0.212	1.418	4.481	7.701	9.982
	0.209	1.420	4.489	7.653	10.029
	0.208	1.426	4.486	7.612	9.978
3	0.289	1.510	4.450	7.720	10.400
	0.291	1.530	4.540	7.680	10.480
	0.286	1.536	4.510	7.640	10.500
4	0.263	1.422	4.708	7.790	10.711
	0.261	1.418	4.674	7.801	10.824
	0.258	1.406	4.685	7.786	10.685
5	0.240	1.329	4.696	7.620	9.870
	0.242	1.334	4.692	7.692	9.852
	0.254	1.341	4.645	7.608	9.761
6	0.249	1.462	4.576	7.680	10.380
	0.252	1.459	4.581	7.570	10.350
	0.248	1.461	4.571	7.620	10.260
7	0.242	1.511	4.601	7.601	10.313
	0.239	1.520	4.453	7.612	10.309
	0.240	1.519	4.579	7.620	10.322

表 B2 火焰原子吸收光度法原始数据 (Na) %

实验室	水平				
	1	2	3	4	5
1	0.306	1.420	1.896	2.710	3.900
	0.315	1.460	1.863	2.760	3.920
	0.309	1.430	1.872	2.690	3.960
2	0.292	1.423	1.702	2.735	3.789
	0.295	1.431	1.666	2.759	3.833
	0.289	1.431	1.610	2.755	3.798
3	0.293	1.490	2.060	2.700	3.700

	0.300	1.512	1.980	2.630	3.680
	0.307	1.503	2.030	2.760	3.740
4	0.309	1.396	1.684	2.739	3.982
	0.301	1.384	1.672	2.715	3.975
	0.304	1.381	1.664	2.698	3.893
5	0.279	1.360	1.522	2.626	3.729
	0.284	1.378	1.552	2.593	3.633
	0.281	1.335	1.583	2.597	3.610
6	0.290	1.390	1.872	2.680	3.880
	0.288	1.420	1.861	2.740	3.910
	0.292	1.450	1.879	2.770	3.980
7	0.296	1.438	1.951	2.811	4.100
	0.293	1.427	1.947	2.805	4.102
	0.297	1.434	1.940	2.809	4.000