

中华人民共和国国家标准

显象管石墨乳试验方法
铁和铜含量试验方法

GB/T 15064.8-94

Method for iron and copper contents of
colloidal graphite for kinescope

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定显象管石墨乳中铁和铜含量的试验方法。
本标准适用于测定彩色显象管黑底石墨乳中铁和铜的含量。
本标准并列了两种铜含量测定方法：新亚铜灵-甲基橙萃取光度法和原子吸收分光光度法。

2 引用标准

GB/T 15064.1 显象管石墨乳试验方法 固形分、挥发分、灰分和 pH 值试验方法

3 磺基水杨酸络合 滴定法测铁

3.1 方法提要

在 pH1.8~2.5 时,以磺基水杨酸为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴定铁。

3.2 试剂

3.2.1 盐酸(优级纯):50%(V/V),2%(V/V)。

3.2.2 氨水:50%(V/V)。

3.2.3 EDTA 标准溶液:0.005mol/L。

3.2.3.1 配制:称取 1.8g 乙二胺四乙酸二钠溶于少量水中,移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

3.2.3.2 标定:按 GB 601 中第 17 条规定的标定方法进行,其中基准氧化锌的称量为 0.1g。

EDTA 对铁的滴定度 T_{Fe} (mg/mL)按式(1)计算:

$$T_{Fe} = M \times 55.85 \dots\dots\dots (1)$$

式中: M ——标定的 EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;

55.85——每克分子 Fe 的克数, g/mol;

55.85——与 1.00mol EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=1.00\text{mol/L}$] 相当的铁的质量, mg。

3.2.4 磺基水杨酸钠指示剂溶液:100g/L。

3.3 仪器设备

- a. 高温电炉:工作温度 700℃;
- b. 天平:感量为 0.0001g;
- c. 电热器。

3.4 试样:按 GB/T 15064.8-94 中第 3 章的规定制备试样。

3.5 试液制备

国家技术监督局 1994-04-18 批准

1994-12-01 实施

称取约 3~5g 试样(准确至 0.0001g),置于 100mL 烧杯中,加入 50% 盐酸 20mL,在电热器上微沸约 30min,用定量滤纸过滤于 50mL 容量瓶中,用 2% 盐酸擦洗烧杯并洗涤滤渣 6~8 次,再用水洗涤 4~5 次,将滤纸及滤渣一并移入铂坩埚中,将坩埚盖斜置于坩埚上,在电热器上充分灰化,将坩埚移入已升温至 700℃ 的高温电炉中,半开炉门,灼烧 30~40min,取出坩埚,稍冷,加入 3mL 50% 盐酸,蒸至糊状,再加入 10mL 2% 盐酸,加热至微沸约 5min 过滤于原容量瓶中,与原滤液合并,用 2% 盐酸洗涤坩埚及滤渣 6~8 次,用水稀至容量瓶刻度,摇匀备用。

3.6 分析步骤

准确吸取 10.1.5 制备的试液 50mL,置于 200mL 烧杯中,用水稀释至约 50mL,加入 6~8 滴磺基水杨酸钠指示剂,滴加 50% 氨水调节溶液 pH 值为 1.5~2.0(用精密 pH 试纸检验),将溶液加热至 60~70℃,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫色变为黄色,滴定时速度不宜过快,同时必须充分搅拌。

3.7 结果计算

3.7.1 铁的含量 X_1 (ppm)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{T_{Fe} \cdot V}{m_1} \times 10^3 \dots\dots\dots (2)$$

式中: T_{Fe} ——EDTA 标准溶液对铁的滴定度,mg/mL;

V ——滴定时消耗标准溶液的体积,mL;

m_1 ——试样质量,g。

3.7.2 取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果,两个测定值之差,在同一实验室不得超过 150ppm,在不同实验室不得超过 300ppm,否则进行第三个试样的测定,以不超差的两个测定值计算试验结果。

4 新亚铜灵-甲基橙萃取光度法测铜

4.1 方法提要

在 pH 值 6~9.5 的条件下,用亚硫酸钠还原铜为一价,一价铜与新亚铜灵在甲基橙存在时形成三元络合物,被三氯甲烷萃取,最大吸收在 420nm 处,络合物十分稳定。当有掩蔽剂酒石酸钾钠存在时,其他多种元素不影响铜的测定,尤其是允许大量的铁、钙、镁等二、三价金属元素存在。

4.2 试剂

4.2.1 三氯甲烷。

4.2.2 新亚铜灵(2,9 二甲基-1,10 菲啉)乙醇溶液:1.5g/L。

4.2.3 甲基橙溶液:0.4g/L。

4.2.4 无水亚硫酸钠溶液:100g/L。

净化方法:将无水亚硫酸钠溶液 300mL,移入 500mL 分液漏斗中,加苯酚红溶液 1 滴,加氨水溶液中和至微红色,加新亚铜灵乙醇溶液 10mL,每次加三氯甲烷 10mL 萃取,直至有机层无色为止,弃去有机层,将水相移入试剂瓶中备用。

4.2.5 酒石酸钾钠溶液:500g/L。

净化方法:将 300mL 酒石酸钾钠溶液移入 500mL 分液漏斗中,加 20mL 无水亚硫酸钠溶液,加新亚铜灵溶液 10mL,摇匀,静置 5min,每次加三氯甲烷 10mL 萃取,直至有机层无色为止。弃去有机层,将水相移入试剂瓶中备用。

4.2.6 氨水溶液:50%(V/V)

净化方法:在大号干燥器底部加氨水及氢氧化钠 2g,在干燥器瓷板上放置内装 300mL 蒸馏水的 500mL 塑料烧杯,将干燥器盖好。6~7 天后取出烧杯,将杯中溶液移入塑料瓶中备用。

4.2.7 铜标准溶液:称取纯铜(99.99%)1.0000g,于烧杯中溶于少量稀硝酸中,加热蒸发至干,加入 3mL 盐酸(密度 1.19)及数毫升水并煮沸,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀备用。

4.2.8 苯酚红溶液:2.5g/L。

称取 0.25g 苯酚红试剂,加 5g/L 氢氧化钠溶液 5mL 溶解,用水稀至 100mL。

4.3 仪器设备

分光光度计。

4.4 分析步骤

4.4.1 绘制标准曲线

分取铜标准溶液 0,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0mL(分别相当于 0,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 μ g 铜)于 60mL 分液漏斗中,用水稀释至约 10mL,加 5mL 酒石酸钾钠溶液,摇匀。加苯酚红溶液 1 滴,以氨水溶液调至溶液呈微红色(pH 值约为 7)。加入 5mL 无水亚硫酸钠溶液,摇匀。准确加入 1mL 新亚铜灵溶液,摇匀,放置 10min。准确加入 1.0mL 甲基橙溶液,摇匀。准确加入 10.0mL 三氯甲烷,萃取 1min,静置分层后,将有机层输入已干燥的比色管中,在分光光度计上,以试剂空白作参比,用 1cm 比色皿,在波长 420nm 处测定吸光度。以所测吸光度为纵坐标,相应的浓度为横坐标,绘制标准曲线。

4.4.2 试样测定

分取 3.5 条制备的试液 10.0mL,置于 60mL 分液漏斗中,加 5mL 酒石酸钾钠溶液,摇匀。以下按绘制标准曲线的步骤进行,测定吸光度。由标准曲线查得相应的铜的含量。

4.5 结果计算

4.5.1 铜含量 X_2 (ppm)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{c}{m_2 \times \frac{V_1}{V_2}} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——由标准曲线查得被测溶液中铜的含量, μ g;

m_2 ——试样的质量,g;

V_1 ——分取试样溶液的体积,mL;

V_2 ——全部试样溶液的体积,mL。

4.5.2 取两个平行试样测定结果的算术平均值为试验结果,两个测定值之差不得超过 0.4ppm 否则进行第三个试样的测定,以不超差的两个测定值计算试验结果。

5 原子吸收分光光度法测铜

5.1 仪器设备

原子吸收分光光度计(火焰类型:空气-乙炔)。

5.2 试剂

5.2.1 铜标准溶液:按 4.2.7 的规定制备。

5.2.2 测定用标准溶液系列的配制

分取铜标准溶液 0,2.0,4.0,6.0,8.0mL(分别相当于 0,2.0,4.0,6.0,8.0 μ g 铜)于 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3 分析步骤

按照选定的仪器工作条件调整仪器,空心阴极灯预热 20min 后,点燃火焰,燃烧正常后调节空气和乙炔流量,用水喷雾调整零点。然后分别用标准溶液系列和 3.5 条制备的试样溶液进行喷雾,读取相应的吸光度。同一份溶液测定二次,由测定标准溶液吸光度的平均值与空白吸光度之差和标准溶液浓度系列,绘制标准曲线。根据试样溶液的吸光度与空白吸光度之差,直接在曲线上查得试样溶液中铜的含量。

5.4 结果计算

5.4.1 铜含量 X_3 (ppm)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{c_1 - c_0}{m_3} \dots\dots\dots (4)$$

式中： c_1 ——试样溶液中铜的含量， μg ；

c_0 ——空白溶液中铜的含量， μg ；

m_3 ——试样的质量， g 。

5.4.2 按 4.5.2 规定计算试验结果。

附加说明：

本标准由国家建筑材料工业局提出。

本标准由山东南墅石墨矿归口。

本标准由山东南墅石墨矿和国家建材局咸阳非金属矿研究所负责起草。

本标准主要起草人刘汇东、焉在金、张有源、刘幼红。