

中国金属学会推荐技术和方法

——冶金分析丛书

卷十一

高温合金痕量元素分析

王海舟 主编

科学出版社

2002

内 容 简 介

本书依托高温合金痕量元素分析测试方法的最新研究成果,形成了由等离子质谱、电感耦合等离子光谱、原子荧光光谱、石墨炉原子吸收光谱、极谱、离子色谱等高灵敏度分析技术以及与各种分离技术联用的高温合金痕量元素分析测试体系。本书还收录了与推荐方法相关的研究报告 42 篇。

本书可作为从事分析化学研究的科研人员,从事检测工作的厂矿企业分析测试人员,商检、质检和分析测试部门的分析测试人员的常备工具书;也可作为大专院校相关专业师生的教学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

高温合金痕量元素分析/王海舟主编. —北京:科学出版社, 2002. 2

(中国金属学会推荐技术和方法:冶金分析丛书·卷十一)

ISBN 7-03-009237-6

I. 高… II. 王… III. 耐热合金-痕量分析:元素分析
IV. TG132.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 10092 号

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

西 源 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2002 年 2 月第 一 版 开本:850×1168 1/32

2002 年 2 月第一次印刷 印张:16 1/2

印数:1—2 000 字数:428 000

定价: 35.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈新欣〉)

中国金属学会分析测试委员会
《中国金属学会推荐技术和方法
——冶金分析丛书》
编委会

主 任 王海舟

委 员(以姓氏笔画为序)

邢华宝	毕 军	孙观贵	李 莉
李云巧	李定秀	陈英颖	郑国经
柯瑞华	费京海	顾明通	曹宏燕
符 斌	董守安	鄢国强	魏春彦
魏绪俭			

《中国金属学会推荐技术和方法 ——冶金分析丛书》

总 目

- 卷一 冶金分析前沿
- 卷二 铁矿石分析
- 卷三 耐火材料分析
- 卷四 铁合金分析
- 卷五 冶金物料分析
- 卷六 难熔及中间合金分析
- 卷七 钢铁及合金分析
- 卷八 炉渣分析
- 卷九 状态定量分析
- 卷十 冶金气体分析
- 卷十一 高温合金痕量元素分析
- 卷十二 非铁金属及合金分析

《中国金属学会推荐技术和方法 ——冶金分析丛书》序

21 世纪是人类将迎来科学技术飞速发展、日新月异的新世纪。新材料层出不穷、新工艺不断推陈出新,一系列冶金分析的新课题被提出,以满足材料科学及冶炼技术科技工作者探索其内在规律以及生产过程质量控制日益严格的要求。国际标准化组织(ISO)以及各国、各级标准部门为此作出了不懈的努力,形成了一系列分析方法的国际标准和国家标准。但是,由于制订标准过程的程序及标准选项的原因,这些标准不可能满足各种新产品、新工艺所提出的难以计数的分析新项目的需求。目前,列入国际标准的项目不及实际需要分析项目的万分之一,各国所制订的国家标准也不及实际需要分析项目的千分之一。所以,各企业或研究单位除了十分重视国际标准和国家标准外,也都制订了各企业自己的标准或方法。为了满足各企业制订企业标准的需要,各国的各行业学会(协会)纷纷提出本学会(协会)标准或推荐方法。例如,美国材料试验协会(ASTM)、日本钢铁协会、德国钢铁协会等都推出了本学会标准或推荐方法。其数量相应于国家标准数的十倍,而且每年不断更新,极大地满足了企业和研究者的要求,为各国经济发展作出了很大的贡献。

我国金属材料行业发展十分迅速,新材料、新工艺不断涌现,分析新项目的数量急剧增长。国家、部门、各学会(研讨会)以及各单位均投入了大量的人力、物力从事分析新技术和新方法的研究,形成了一大批先进、可靠、简便、适用的分析技术和方法。这些技术和方法的研究成果分散在各单位,宝贵的资源无法得到充分利用。为此,中国金属学会于 1997 年决定成立《中国金属学会推荐技术和方法——冶金分析丛书》编委会,汇集各单位的研究成果以

及现行有效、适用、可靠的分析技术和方法形成《中国金属学会推荐技术和方法》(CSM standards)。这些分析技术和方法,可供科研部门进行新材料及新工艺研究所需新分析项目的参考,也可供企业制订企业标准方法时借鉴。

王海舟

2000年10月于北京

中国金属学会推荐技术和方法 ——冶金分析丛书

卷十一 高温合金痕量元素分析

编委会

主编 王海舟

编委(以姓氏笔画为序)

朱小鹈	刘庆斌	关丽丽	孙观贵
沈 涛	邵光玎	郑国经	柯瑞华
胡净宇	崔秋红	符 斌	董天祥

研究报告主要撰稿人(以姓氏笔画为序)

于凤莲	王海舟	毛延晖	刘 正
刘庆斌	李小佳	杨菊亭	余定志
张月霞	邵光玎	陈 鼎	陈玉红
郑国经	柯瑞华	胡净宇	胡晓燕
葛小鹏			

《高温合金痕量元素分析》序言

1996 年国家组织国内主要从事高温合金分析的研究单位和企业对高温合金痕量元素进行了系统的研究、攻关,形成了一系列先进、适用的分析技术和方法。同时“冶金分析研讨会”也曾组织“冶金分析专家系统”课题,其宗旨是收集现行的分析技术和方法,建立分析方法的资源库。其中高温合金分析方法是资源库的一部分。在此基础上,编委会陆续收集到冶金系统各企业、研究院所的诸多研究成果和实用方法,几经反复核定、遴选,形成本卷《高温合金痕量元素分析》推荐方法。

所推荐的技术和方法具有以下特点:

- (1)可靠性:所推荐的技术和方法均经实际工作考验;
- (2)可操作性:所推荐的技术和方法操作简便、易于掌握;
- (3)多元性:为便于使用者根据具体情况选择,每一项目均推荐了两种以上的分析技术和方法;
- (4)先进性:所推荐的技术和方法集中了部分最新研究成果及先进技术。

希望这些推荐技术和方法对厂矿企业、研究院所能有所裨益。虽然我们坚持了可靠性、可操作性、多元性及先进性的原则,但各单位应根据具体情况采用适合本单位的技术和方法。同时,本卷也收录了部分与推荐方法相关的研究报告。我们期望各单位在使用过程中及时反馈问题和意见,更希望积极提供贵单位的研究成果和所采用的行之有效的分析技术和方法,以丰富本卷中的推荐方法,满足我国经济及科学技术迅速发展的需要。

钢铁研究总院、北京航空材料研究院、上海五钢特种冶金公司、抚顺特殊钢(集团)有限责任公司、上海宝钢钢铁研究所、首都钢铁公司冶金研究院等单位积极为本卷提供分析方法和研究成果,特此鸣谢。

《高温合金痕量元素分析》卷
编委会

2000年12月于北京

目 录

CSM 03 01 05 01 - 2000	高温合金—硼含量的测定—甲 醇蒸馏-光度法	(1)
CSM 03 01 05 02 - 2000	高温合金—硼含量的测定—离 子选择性电极法	(5)
CSM 03 01 05 03 - 2000	高温合金—硼含量的测定—示 波极谱法	(9)
CSM 03 01 15 01 - 2000	高温合金—磷含量的测定—正 丁醇-三氯甲烷萃取钼蓝光度法	(13)
CSM 03 01 15 02 - 2000	高温合金—磷含量的测定—萃 取浮选光度法	(17)
CSM 03 01 16 01 - 2000	高温合金—硫含量的测定—氧 化铝柱预分离-离子色谱法	(21)
CSM 03 01 20 01 - 2000	高温合金—钙含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(24)
CSM 03 01 21 01 - 2000	高温合金—钪含量的测定—电 感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)	(27)
CSM 03 01 29 01 - 2000	高温合金—铜含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(31)
CSM 03 01 30 01 - 2000	高温合金—锌含量的测定—双 硫脲光度法	(34)
CSM 03 01 30 02 - 2000	高温合金—锌含量的测定—原 子吸收光谱法	(39)
CSM 03 01 30 03 - 2000	高温合金—锌含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(43)
CSM 03 01 31 01 - 2000	高温合金—镓含量的测定—罗	

丹明 B 萃取光度法.....	(46)
CSM 03 01 31 02 - 2000 高温合金—镓含量的测定—示 波极谱法	(50)
CSM 03 01 31 03 - 2000 高温合金—镓含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(54)
CSM 03 01 32 01 - 2000 高温合金—锆含量的测定—苯 芴酮光度法	(57)
CSM 03 01 32 02 - 2000 高温合金—锆含量的测定—没 食子酸示波极谱法	(61)
CSM 03 01 32 03 - 2000 高温合金—锆含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(65)
CSM 03 01 33 01 - 2000 高温合金—砷含量的测定—蒸 馏分离-钼蓝光度法	(68)
CSM 03 01 33 02 - 2000 高温合金—砷含量的测定—氢 化物发生原子吸收光谱法	(73)
CSM 03 01 33 03 - 2000 高温合金—砷含量的测定—第 三液相分离富集-石墨炉原子吸收光谱法	(77)
CSM 03 01 33 04 - 2000 高温合金—砷含量的测定—氢 化物发生原子荧光光谱法	(81)
CSM 03 01 34 01 - 2000 高温合金—硒含量的测定—氢 化物发生原子荧光光谱法	(85)
CSM 03 01 34 02 - 2000 高温合金—硒含量的测定—示 波极谱法	(89)
CSM 03 01 47 01 - 2000 高温合金—银含量的测定—双 硫脲四氯化碳萃取光度法	(92)
CSM 03 01 47 02 - 2000 高温合金—银含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(96)
CSM 03 01 48 01 - 2000 高温合金—镉含量的测定—萃 取分离-吸附催化极谱法	(100)
CSM 03 01 48 02 - 2000 高温合金—镉含量的测定—石	

墨炉原子吸收光谱法	(103)
CSM 03 01 49 01 - 2000 高温合金—钒含量的测定—乙 酸丁酯萃取分离-结晶紫-苯萃取光度法	(106)
CSM 03 01 49 02 - 2000 高温合金—钒含量的测定—示 波极谱法	(110)
CSM 03 01 50 01 - 2000 高温合金—锡含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(113)
CSM 03 01 50 02 - 2000 高温合金—锡含量的测定—第 三液相萃取-石墨炉原子吸收光谱法	(116)
CSM 03 01 50 03 - 2000 高温合金—锡含量的测定—示 波极谱法	(120)
CSM 03 01 51 01 - 2000 高温合金—铈含量的测定—孔 雀绿-苯萃取光度法	(124)
CSM 03 01 51 02 - 2000 高温合金—铈含量的测定—硫 基棉分离-示波极谱法	(128)
CSM 03 01 51 03 - 2000 高温合金—铈含量的测定—氢 化物发生原子吸收光谱法	(132)
CSM 03 01 51 04 - 2000 高温合金—铈含量的测定—氢 化物发生原子荧光光谱法	(135)
CSM 03 01 51 05 - 2000 高温合金—铈含量的测定—氢 化物发生—电感耦合等离子体发射光谱法	(138)
CSM 03 01 52 01 - 2000 高温合金—铈含量的测定—硫 基棉分离-氢化物发生原子荧光光谱法	(142)
CSM 03 01 52 02 - 2000 高温合金—铈含量的测定—氢 化物发生原子吸收光谱法	(146)
CSM 03 01 52 03 - 2000 高温合金—铈含量的测定—载 体沉淀分离-催化极谱法	(150)
CSM 03 01 58 01 - 2000 高温合金—铈含量的测定—偶 氮氯膦 mA 光度法	(154)
CSM 03 01 81 01 - 2000 高温合金—铈含量的测定—分	

光光度法	(159)
CSM 03 01 81 02 - 2000 高温合金—铈含量的测定—示 波极谱法	(163)
CSM 03 01 82 01 - 2000 高温合金—铅含量的测定—第 三液相分离富集—石墨炉原子吸收光谱法	(167)
CSM 03 01 82 02 - 2000 高温合金—铅含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(170)
CSM 03 01 82 03 - 2000 高温合金—铅含量的测定—示 波极谱法	(173)
CSM 03 01 83 01 - 2000 高温合金—铋含量的测定—氢 化物发生原子吸收光谱法	(176)
CSM 03 01 83 02 - 2000 高温合金—铋含量的测定—氢 化物发生原子荧光光谱法	(179)
CSM 03 01 83 03 - 2000 高温合金—铋含量的测定—石 墨炉原子吸收光谱法	(183)
CSM 03 01 83 04 - 2000 高温合金—铋含量的测定—疏 基棉分离—示波极谱法	(187)
CSM 03 01 94 01 - 2000 高温合金—硒、碲含量的测定 —氢化物发生—电感耦合等离子体发射光谱法	(191)
CSM 03 01 94 02 - 2000 高温合金—镧、铈含量的测定 —电感耦合等离子体发射光谱法	(195)
CSM 03 01 94 03 - 2000 高温合金—钙、镁、钡含量的测 定—电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)	(200)
CSM 03 01 96 01 - 2000 高温合金—13种元素的同时测 定—电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)	(205)
CSM 03 01 98 01 - 2000 高温合金—硒、碲含量的测定 —氢化物发生原子荧光光谱法	(210)
CSM 03 01 99 01 - 2000 高温合金—铋、铅、锑、锡、碲和 铈含量的测定—石墨炉原子吸收光谱法	(214)
CSM 03 01 100 01 - 2000 高温合金—银、砷、铋、铅、镁、	

铈、锡、碲和铊含量的测定—空心阴极发射光谱法	… (219)
------------------------	---------

研究报告

§ 1 ICP-MS 测定高温合金中痕量元素	… (227)
§ 2 高温合金中痕量银的光度测定	… (240)
§ 3 第三液相萃取—石墨炉原子吸收光谱法分析高温合金中的痕量砷	… (246)
§ 4 氢化物发生原子荧光光谱法测定高温合金中痕量砷	… (254)
§ 5 高温合金中痕量砷的光度测定	… (260)
§ 6 测定痕量硼的灵敏示波极谱法和表面活性剂增敏机理研究及高温合金中痕量硼的测定	… (267)
§ 7 卧式对流定硼石英蒸馏器—甲醇同步蒸馏光度法测定高温合金中痕量硼	… (278)
§ 8 氢化物发生原子荧光光谱法测定高温合金中痕量铋	… (284)
§ 9 铋(Ⅲ)—8-羟基喹啉体系的极谱行为—表面活性剂增敏机理和分析应用	… (290)
§ 10 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法测定高温合金中痕量钙、镁、钡	… (298)
§ 11 用一氧化二氮—乙炔火焰测定铁—镍基高温合金中的痕量钙	… (308)
§ 12 高温合金中痕量钙和镁的 PMBP 萃取及光度测定	… (313)
§ 13 平台在石墨炉原子吸收光谱分析法中所起的作用—利用自制平台测定铁镍基高温合金中痕量镉	… (319)
§ 14 高温合金中痕量铈的光度测定	… (328)
§ 15 镓(Ⅲ)—铬黑 T 络合物吸附波的研究和分析应用—高温合金中镓的示波极谱测定	… (335)
§ 16 高温合金中痕量镓的分光光度测定	… (341)
§ 17 锆(Ⅳ)—没食子酸示波极谱电流增敏机理研究	… (345)

§ 18 高温合金中痕量锆的苯芴酮光度测定	(353)
§ 19 铟(Ⅲ)与桑色素共存时电化学行为的研究和分析应用	(358)
§ 20 高温合金中痕量铟的测定(溴化物-乙酸丁酯萃取分 离—结晶紫-苯萃取光度法)	(363)
§ 21 沉淀分离-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法 测定高温合金中痕量的镧和铈	(369)
§ 22 高温合金中痕量磷的测定—萃取浮选光度法	(377)
§ 23 高温合金中痕量磷的测定—正丁醇-三氯甲烷萃取 钼蓝光度法	(383)
§ 24 第三液相萃取-石墨炉原子吸收光谱(GF-AAS)联用 分析高温合金中的痕量铅	(398)
§ 25 高温合金中痕量铅的示波极谱测定	(405)
§ 26 氧化铝柱预分离-离子色谱法测定高温合金中痕量硫	(409)
§ 27 ICP-AES 法测定高温合金中痕量钪	(414)
§ 28 高温合金中痕量铈的测定—氢化物电热原子吸收 光谱法	(422)
§ 29 巯基棉分离-示波极谱法测定高温合金中痕量铈	(428)
§ 30 高温合金中痕量铈的光度法测定	(432)
§ 31 氢化物发生原子荧光光谱法测定高温合金中痕量硒	(437)
§ 32 高温合金中痕量硒的催化极谱法测定	(442)
§ 33 高温合金中痕量锡的测定	(446)
§ 34 高温合金中痕量锡的示波极谱法测定	(453)
§ 35 巯基棉分离-氢化物发生原子荧光光谱法测定高温合金 中痕量碲	(459)
§ 36 载体沉淀分离-催化极谱法测定高温合金中的痕量碲	(463)
§ 37 混合表面活性剂对铈(Ⅱ)的示波极谱电流的增敏效	

应研究及高温合金中痕量铊的测定	(468)
§ 38 高温合金中痕量铊的分光光度法测定	(475)
§ 39 原子吸收光谱法测定高温合金中的痕量锌	(482)
§ 40 氢化物发生原子吸收法直接测定高温合金中痕量砷、 锑、铋、碲	(488)
§ 41 P507 萃取-双硫脲光度法测定高温合金中的痕量锌	(498)
§ 42 高温合金中多元素的同时测定	(504)

高温合金—硼含量的测定— 甲醇蒸馏-光度法

1 范围

本推荐方法用甲醇蒸馏分离光度法测定高温合金中的硼含量。

本方法适用于高温合金中质量分数为 0.0005% ~ 0.20% 的硼含量的测定。

2 原理

试样以盐酸、硝酸溶解,经硫酸和磷酸蒸发冒烟除尽硝酸后,煮沸溶解酸不溶硼。用同步蒸馏法将甲醇蒸馏入试样瓶,与试样中硼形成硼酸甲酯经蒸馏与其他元素分离,在草酸存在下,硼与草酸、姜黄素形成红色络合物,测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL

3.2 盐酸, 1 + 4

3.3 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL

3.4 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL

3.5 磷酸, ρ 约 1.69 g/mL

3.6 硫-磷混酸, 硫酸 + 磷酸 + 水 = 5 + 3 + 2

3.7 氢氧化钙悬浮液

称取氢氧化钙(一级)3.7 g 溶于 500 mL 水,置于塑料瓶中保存,用时混匀。

3.8 草酸溶液, 100 g/L

3.9 姜黄素-乙醇溶液, 500 mg/L

称 0.05 g 姜黄素溶于乙醇,并定容至 100 mL,过滤于塑料瓶