

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 4333.4—2007
代替 GB/T 4333.4—1988、GB/T 4333.5—1997、GB/T 4333.9—1988

GB/T 4333.4—2007

硅铁 铝含量的测定 铬天青 S 分光 光度法、EDTA 滴定法和 火焰原子吸收光谱法

Ferrosilicon—Determination of aluminium content—
The chromazurol S spectrophotometric method, the EDTA titrimetric
method and the flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
硅铁 铝含量的测定 铬天青 S 分光
光度法、EDTA 滴定法和
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4333.4—2007

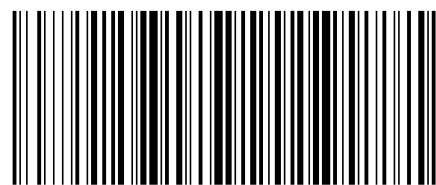
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2008 年 2 月第一版 2008 年 2 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-30607 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 4333.4—2007

2007-09-11 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4333 的本部分包括了铬天青 S 分光光度法、EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法三个测定硅铁中铝含量的分析方法。本部分代替 GB/T 4333.4—1988《硅铁化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝量》、GB/T 4333.5—1997《硅铁化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量》和 GB/T 4333.9—1988《硅铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铝量》。

本部分与 GB/T 4333.4—1988、GB/T 4333.5—1997 和 GB/T 4333.9—1988 比较,除对允许差部分有修改外,主要对 GB/T 4333.5—1997 进行了以下技术修改:

- 试样量由 0.500 0 g、0.250 0 g、0.150 0 g 调整为 0.80 g 和 0.50 g;
- 采用二甲酚橙作指示剂的锌标准滴定溶液代替 Cu-PAN 作指示剂的铜标准滴定溶液的滴定体系;
- 采用碳酸钠-硼酸混合熔剂代替硫酸氢钠分解酸不溶残渣;
- 采用盐酸-六次甲基四胺和强碱二次分离干扰,代替甲基异丁酮萃取铁,苯甲酸铵沉淀铝及铜铁试剂分离钛的分离过程;
- 采用盐酸-六次甲基四胺代替乙酸-乙酸铵作为滴定体系的缓冲溶液。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、吴翠萍、薛秀萍、方艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4333.4—1984、GB/T 4333.4—1988;
- GB/T 4333.5—1984、GB/T 4333.5—1997;
- GB/T 4333.9—1988。

水稀释至刻度,混匀。按 5.5.3.2 测定。

5.5.3.1.3 铝含量 $\geq 1.25\%$ ~5.00%

分取 5.00 mL 试液(5.5.3.1)于 50 mL 容量瓶中,用滴定管加入 36.00 mL 铁溶液(5.2.7.2),用水稀释至刻度,混匀。按 5.5.3.2 测定。

注:根据所用仪器的灵敏度可以在较大的容量瓶中稀释。

5.5.3.2 测定

将溶液(5.5.3.1.1 或 5.5.3.1.2 或 5.5.3.1.3)在原子吸收光谱仪上,波长 309.3 nm 处,用一氧化二氮-乙炔火焰,以绘制校准曲线的试剂空白溶液调零,测量其吸光度。将试料溶液的吸光度和随同试剂空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出铝的浓度。

5.5.3.3 校准曲线的绘制

5.5.3.3.1 向 8 个 100 mL 容量瓶中分别加入 50.0 mL 铁溶液(5.2.7.2)和 20.00 mL 校准曲线底液(5.2.8)。然后按表 4 所示分别加入铝标准溶液(5.2.9),用水稀释至刻度,混匀。在 5.5.3.2 规定的测定条件下测量每个校准溶液的吸光度。

5.5.3.3.2 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度,为铝校准曲线系列溶液的净吸光度,以铝浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

表 4

铝标准溶液(5.2.9) 的体积/mL	相应铝的质量/mg	相当于试样中铝的浓度		
		溶液(5.5.3.1.1) 1 g/100 mL	溶液(5.5.3.1.2) 1 g/250 mL	溶液(5.5.3.1.3) 1 g/1 000 mL
0 ^a	0	0	0	0
0.50	0.50	0.05	0.125	0.50
1.00	1.00	0.10	0.25	1.00
2.00	2.00	0.20	0.50	2.00
2.50	2.50	0.25	0.625	2.50
3.00	3.00	0.30	0.75	3.00
4.00	4.00	0.40	1.00	4.00
5.00	5.00	0.50	1.25	5.00

^a 校准曲线的试剂空白试验溶液。

5.6 分析结果的计算

按式(4)计算试样中铝的含量(质量分数),数值以%表示:

$$w(\text{Al}) = \frac{(C_1 - C_2) \times V}{m \times r} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

C_1 ——从校准曲线上查得试样溶液中铝的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_2 ——从校准曲线上查得空白溶液中铝的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

r ——分取试液比,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g)。

5.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

硅铁 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法、EDTA 滴定法和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,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 4333 的本部分规定了用铬天青 S 分光光度法、EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法测定硅铁中的铝含量。

本部分适用于硅铁中铝含量的测定。铬天青 S 分光光度法测定范围(质量分数):0.10%~0.60%; EDTA 滴定法测定范围(质量分数):0.60%~5.00%;火焰原子吸收光谱法测定范围(质量分数):0.05%~5.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 4333 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一:铬天青 S 分光光度法

3.1 原理

试剂用硝酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟,然后在稀盐酸介质中,以铜铁试剂沉淀铁、钒、钛等元素。再于 pH 值为(5.8 \pm 0.4)的盐酸溶液中,用六次甲基四胺为缓冲溶液,铝与铬天青 S 形成紫红色络合物,于分光光度计 550 nm 波长处测量其吸光度。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 硫酸氢钠,固体。

3.2.2 硝酸, $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ 。

3.2.3 高氯酸, $\rho 1.67 \text{ g/mL}$ 。

3.2.4 氢氟酸, $\rho 1.15 \text{ g/mL}$ 。

3.2.5 盐酸, $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ 。

3.2.6 盐酸,1+9。

3.2.7 盐酸,1+20。

3.2.8 盐酸,1+60。

3.2.9 盐酸,1+99。

3.2.10 氨水,1+9,贮于塑料瓶中。

3.2.11 氟化铵溶液,20 g/L。贮于塑料瓶中。

3.2.12 六次甲基四胺溶液,200 g/L。称取 200 g 六次甲基四胺溶于水,稀释至 1 L,贮于塑料瓶中。