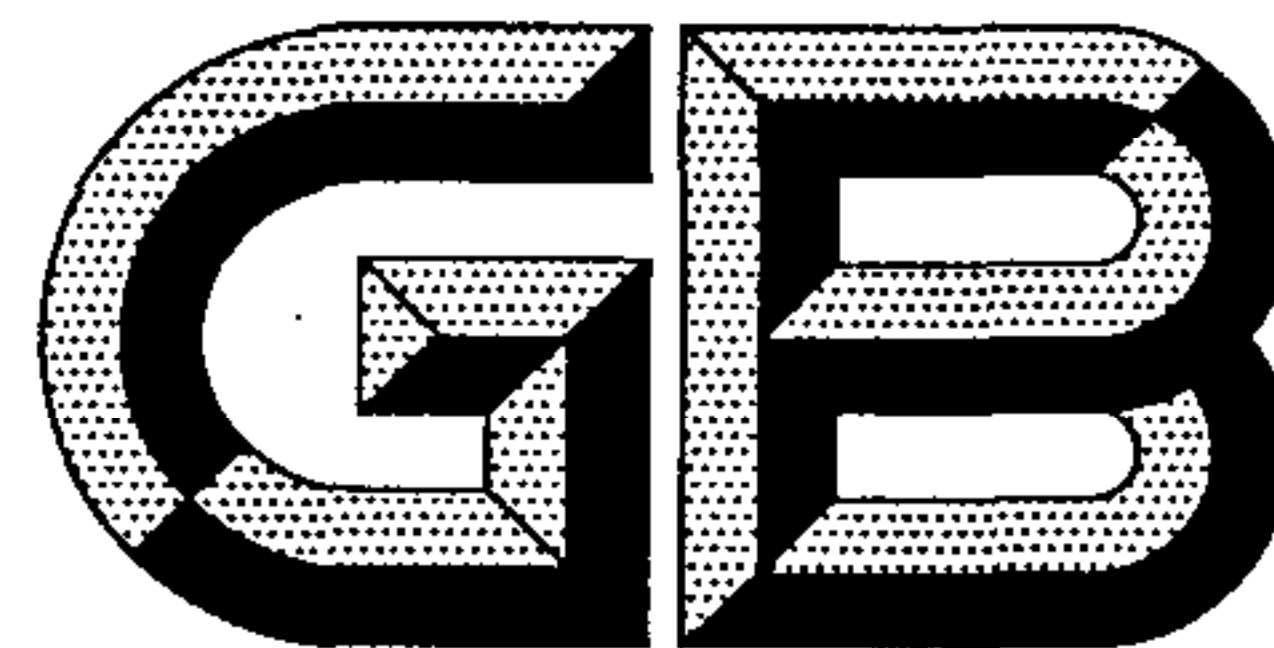




中华人民共和国国家标准

GB/T 4333.4—2007

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

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

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。

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

试料用硝酸、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±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,ρ1.42 g/mL。
- 3.2.3 高氯酸,ρ1.67 g/mL。
- 3.2.4 氢氟酸,ρ1.15 g/mL。
- 3.2.5 盐酸,ρ1.19 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。

3.2.13 抗坏血酸溶液,10 g/L。用时配制。

3.2.14 铜铁试剂溶液,60 g/L。用时配制。

3.2.15 2,4-二硝基酚溶液,2 g/L。

3.2.16 铬天青 S 乙醇溶液,0.4 g/L。以乙醇(1+1)配制。

3.2.17 铝标准溶液

3.2.17.1 称取 0.100 0 g 除去表面氧化物的高纯金属铝($\geq 99.9\%$)于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠(优级纯)溶液(100 g/L),在电热板上加热溶解完全后,冷却。用盐酸(1+1)中和至沉淀析出,再滴加盐酸(1+1)至沉淀溶解并过量 20 mL,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(3.2.9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铝 100 μg 。

3.2.17.2 移取 10.00 mL 铝标准溶液(3.2.17.1),置于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(1+1)后,以盐酸(3.2.10)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铝 2 μg 。

3.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料量

称取 0.10 g 试料,精确至 0.000 1 g。

3.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

3.5.3 测定

3.5.3.1 试料溶液的制备

将试料(3.5.1)置于 100 mL 铂皿中,加入 5 mL 硝酸(3.2.2),缓慢滴加 3 mL~5 mL 氢氟酸(3.2.4),待作用停止后,低温加热至试样溶解。加入 2 mL 高氯酸(3.2.3),加热冒烟至近干,取下稍冷,用水冲洗皿壁,再加入 2 mL 高氯酸(3.2.3),继续加热冒烟至近干,取下冷却。加入 8 mL 盐酸(3.2.5)和 10 mL 水,微热溶解盐类。

用慢速定量滤纸过滤于 100 mL 烧杯中,用热盐酸(3.2.9)洗涤铂皿及残渣各 4 次~5 次,再用热水洗涤残渣 3 次~4 次,滤液保留作为主液。

将残渣连同滤纸置于铂坩埚中灰化后,移入 600℃~700℃ 高温炉中灼烧 2 min,取出,冷却。加入 2 g 硫酸氢钠(3.2.1),再置于 600℃~700℃ 高温炉中熔融至透明,并保持 5 min,取出,冷却。用 20 mL 盐酸(3.2.6)浸出熔块,以水洗净铂坩埚,浸出液与主液合并。

3.5.3.2 铜铁试剂分离

将溶液(3.5.3.1)移入 100 mL 容量瓶中,以水洗净烧杯(或铂皿),控制体积为 60 mL,冷却至 15℃ 以下,边摇动边滴加 20 mL 滴铁试剂溶液(3.2.14),用水稀释至刻度,混匀。用慢速定量滤纸干过滤。

3.5.3.3 铜铁试剂的分解

移取 50.00 mL 滤液(3.5.3.2)(若含铝量大于 0.200%时,则移取 20.00 mL),置于 100 mL 石英锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2.2),加热蒸发至小体积时加入 2 mL 高氯酸(3.2.3),继续加热冒烟至体积约为 1 mL 时,取下稍冷,加入 2 mL 盐酸(3.2.5)溶解盐类。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5.3.4 显色与测定

3.5.3.4.1 准确移取上述溶液 5.00 mL(3.5.3.3)两份,置于两个 50 mL 容量瓶中,分别加入 2 滴 2,4-二硝基酚溶液(3.2.15),用氨水(3.2.10)中和至黄色刚好出现,再用盐酸(3.2.7)中和至黄色消失,立即补加 5 mL 盐酸(3.2.8)。

3.5.3.4.2 参比溶液:依次加入 3 滴氟化铵溶液(3.2.11)、1 mL 抗坏血酸溶液(3.2.13)、5.0 mL 铬天青 S 乙醇溶液(3.2.16)、5 mL 六次甲基四胺溶液(3.2.12)(每加一种试剂均需混匀)。用水稀释至刻度,混匀。

3.5.3.4.3 显色溶液:依次加入 1 mL 抗坏血酸溶液(3.2.13)、5.0 mL 铬天青 S 乙醇溶液(3.2.16)、5 mL 六次甲基四胺溶液(3.2.12)(每加一种试剂均需混匀)。用水稀释至刻度,混匀。

3.5.3.4.4 静置 15 min,于分光光度计上 550 nm 波长处,用适当比色皿,以参比溶液调零,测量其吸光度,减去随同试料溶液空白的吸光度,得到试料溶液的净吸光度,从校准曲线上查出相应的铝量(g)。

3.5.4 校准曲线的绘制

3.5.4.1 移取两份 0、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.50 mL 铝标准溶液(3.2.17.2),分别置于两组 100 mL 烧杯中,加水控制体积约为 10 mL,分别加入 2 滴 2,4-二硝基酚溶液(3.2.15),用氨水(3.2.10)中和至黄色刚好出现,再用盐酸(3.2.7)中和至黄色消失,立即补加 5 mL 盐酸(3.2.8),以下按照 3.5.3.4.2 和 3.5.3.4.3 的进行。静置 15 min,以参比溶液为参比,于分光光度计上 550 nm 波长处,用适当比色皿测量其吸光度。

3.5.4.2 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,以铝量(g)为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

3.6 分析结果的计算

按式(1)计算试样中铝的含量(质量分数),数值以%表示:

$$w(\text{Al}) = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m \times V_2 \times V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得的铝量,单位为克(g);
- V_1 ——铜铁试剂分离时稀释后的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——铜铁试剂分离后分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——破坏铜铁试剂后稀释成的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——显色时分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %(质量分数)

铝含量	允 许 差
0.10~0.30	0.03
>0.30~0.60	0.05

4 方法二:EDTA 滴定法

4.1 原理

试料用硝酸-氢氟酸-高氯酸分解,经六次甲基四胺沉淀分离后用盐酸溶解氢氧化铝沉淀,残渣用碳酸钠-硼酸熔融。经强碱分离后,分取滤液在微酸性溶液中加入过量的 EDTA,在 pH 值为 5~5.5 以二甲酚橙为指示剂,用锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA,用氟离子置换出与铝配合的 EDTA,再用锌标准滴定溶液滴定。根据锌标准滴定溶液的消耗量,计算铝含量。

4.2 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。

4.2.1 混合熔剂,2 份碳酸钠和 1 份硼酸研细混匀。

- 4.2.2 硝酸, ρ 1.42 g/mL。
- 4.2.3 盐酸, 1+1。
- 4.2.4 盐酸, 1+2。
- 4.2.5 盐酸, 1+5。
- 4.2.6 盐酸, 2+98。
- 4.2.7 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。
- 4.2.8 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。
- 4.2.9 氨水, 1+1。
- 4.2.10 六次甲基四胺溶液, 25 g/L, 贮于塑料瓶中。
- 4.2.11 盐酸-六次甲基四胺溶液(pH 值=5~5.5), 称取 40 g 六次甲基四胺溶于水, 加入 20 mL 盐酸(1+1), 用水稀释至 100 mL, 混匀。
- 4.2.12 六次甲基四胺溶液, 5 g/L, 贮于塑料瓶中。
- 4.2.13 氢氧化钠溶液, 500 g/L。贮于塑料瓶中。
- 4.2.14 氟化铵饱和溶液, 贮于塑料瓶中。
- 4.2.15 铝标准溶液, 0.500 0 mg/mL。称取 0.500 0 g 除去表面氧化物的高纯金属铝($\geq 99.99\%$)于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.13)、100 mL 水, 在电热板上加热溶解完全后, 冷却。用盐酸(4.2.3)中和至沉淀溶解并过量 20 mL, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以盐酸(4.2.6)稀释至刻度, 混匀。
- 4.2.16 EDTA 溶液, 0.01 mol/L。称取 3.73 g 二水合乙二胺四乙酸二钠, 溶解后用水稀释至 1 000 mL, 混匀。此溶液 1 mL 相当于铝量约 0.27 mg。
- 4.2.17 锌标准滴定溶液, 0.01 mol/L。
- 4.2.17.1 配制: 称取 0.814 3 g 经 850℃ 恒温 1 h。后冷却至室温的氧化锌($\geq 99.95\%$), 用 20 mL 盐酸(4.2.3)加热溶解完全, 冷却至室温, 转入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。
- 4.2.17.2 标定: 移取 20.00 mL 铝标准溶液(4.2.15)三份分别于三只 500 mL 锥型瓶中, 加入 100 mL 水、2 滴酚酞指示剂(4.2.18), 用氨水(4.2.9)、盐酸(4.2.3)调至红色消失且溶液清亮并过量 5 mL 盐酸(4.2.5)。加入 50 mL EDTA 溶液(4.2.16)、10 mL 盐酸-六次甲基四胺溶液(4.2.11), 煮沸 3 min~5 min, 冷却至室温, 加入 4 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.2.19), 用锌标准滴定溶液(4.2.17.1)滴定至红色, 不计体积数; 加入 25 mL 氟化铵饱和溶液(4.2.14), 煮沸 2 min~3 min, 冷却至室温[如溶液变为微红色, 则边摇动边滴加盐酸(4.2.3)至恰好变为黄色并过量 2 滴~4 滴, 加入 5 mL 盐酸-六次甲基四胺溶液(4.2.11)], 补加 2 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.2.19), 再用锌标准滴定溶液(4.2.17.1)滴定至红色为终点。

按式(2)计算锌标准滴定溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{20.00 \times 0.500\ 0}{V - V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- T——1 mL 锌标准滴定溶液相当于铝的量, 单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——标定时消耗锌标准滴定溶液的体积, 当三份的极差不大于 0.10 mL 时取平均值, 单位为毫升(mL);
- V₀——标定时试剂空白试验所消耗锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

- 4.2.18 酚酞指示剂溶液, 2 g/L。用乙醇(1+1)配制。
- 4.2.19 二甲酚橙指示剂溶液, 2 g/L。

4.3 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

按表 2 称取试样,准确至 0.000 1 g。

表 2

铝含量(质量分数)/%	试料量/g
0.60~2.50	0.80
>2.50~5.00	0.50

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 试料溶液的制备

将试料(4.5.1)置于 100 mL 铂皿中,加入 10 mL 硝酸(4.2.2),缓慢滴加 10 mL~15 mL 氢氟酸(4.2.8),待作用停止后,加热至试样完全溶解,浓缩体积约为 10 mL。加入 15 mL 高氯酸(4.2.7),加热至近干,取下,用水冲洗皿壁,再加入 8 mL 高氯酸(4.2.7)冒烟至近干,取下稍冷。加入 30 mL 盐酸(4.2.5)微热溶解盐类,转移至 400 mL 烧杯中。

4.5.3.2 六次甲基四胺分离

将溶液(4.5.3.1)调整体积至约 100 mL~150 mL,煮沸,取下。用氨水(4.2.9)中和至有沉淀产生,再用盐酸(4.2.3)调至沉淀恰好溶解,并过量 5 滴~10 滴。加入 20 mL 六次甲基四胺溶液(4.2.10),加热微沸并保温(80℃~90℃)15 min~20 min。取下稍冷,用中速滤纸过滤(铁铝的氢氧化物沉淀多时分两个漏斗),用热六次甲基四胺溶液(4.2.12)洗烧杯和沉淀各 5 次~8 次。用 30 mL 热盐酸(4.2.4)溶解沉淀于原烧杯中,以热盐酸(4.2.6)洗滤纸至无黄色,再用热水洗滤纸 10 次~15 次。溶液作为强碱分离的主液 A 保留。

将滤纸及残渣移入铂皿或铂坩埚中,于低温灰化后,于 850℃ 高温炉中灼烧 10 min,取出冷却。加入 3 g~5 g 混合熔剂(4.2.1),置于 950℃ 高温炉中熔融 10 min,取出稍冷,分次滴加盐酸(4.2.3)并加热至熔块完全溶解,将此溶液与主液 A 合并。

4.5.3.3 强碱分离

将溶液(4.5.3.2)调整体积至约 80 mL~120 mL,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.13),用氨水(4.2.9)中和至有沉淀产生,再用盐酸(4.2.3)调至沉淀溶解,并过量 10 mL,煮沸 1 min~2 min。取下稍冷,在不断搅拌下一次加入 40 mL 氢氧化钠溶液(4.2.13),煮沸 3 min~5 min。取下冷至室温,移入 200 mL 容量瓶中(铝量大于 2.5%,则移入 250 mL 容量瓶中),以水稀释至刻度,混匀。用双层中速滤纸干过滤。弃去最初滤液。

4.5.3.4 酸度调整及滴定

准确移取上述滤液(4.5.3.3)100 mL 于 500 mL 锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂溶液(4.2.18),用盐酸(4.2.3)调至红色消失且溶液清亮并过量 5 mL 盐酸(4.2.5),加入比理论计算值过量 5 mL~10 mL 的 EDTA 溶液(4.2.16)、10 mL 盐酸-六次甲基四胺溶液(4.2.11),加热煮沸 3 min~5 min。取下冷至室温。加入 4 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.2.19),用锌标准滴定溶液(4.2.17.1)滴定至红色为终点(不记锌标准滴定溶液的消耗量)。加入 25 mL 氟化铵饱和溶液(4.2.14),煮沸 2 min~3 min。取下,冷至室温[如溶液变为微红色,则边摇动边滴加盐酸(4.2.3)至恰好变为黄色并过量 2 滴~4 滴,加入 5 mL 盐酸-六次甲基四胺溶液(4.2.11)],补加 2 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.2.19),再用锌标准溶液(4.2.17.1)滴定至红色为终点。

4.6 分析结果的计算

按式(3)计算试样中铝的含量(质量分数),数值以%表示:

$$w(\text{Al}) = \frac{T \times V_1 \times (V - V_0)}{m \times V_2 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- T——1 mL 锌标准滴定溶液相当于铝的量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——滴定试料消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₀——滴定空白消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₁——强碱分离时稀释后的体积,单位为毫升(mL);
- V₂——强碱分离后分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- m——试料量,单位为克(g)。

4.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 %(质量分数)

铝含量	允 许 差
0.60~1.00	0.07
>1.00~2.00	0.10
>2.00~3.50	0.15
>3.50~5.00	0.20

5 方法三:火焰原子吸收光谱法

5.1 原理

试料用硝酸、氢氟酸、高氯酸分解,蒸发溶液至冒高氯酸白烟。用碳酸钠-硼酸混合熔融残渣,熔融残渣溶解于主液中。将溶液吸入一氧化二氮-乙炔火焰中,通过铝空心阴极灯发射的 309.3 nm 的谱线,用原子吸收光谱仪测定铝量。

5.2 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。

- 5.2.1 混合熔剂:2 份碳酸钠和 1 份硼酸研细混匀。
- 5.2.2 硝酸,ρ1.42 g/mL。
- 5.2.3 高氯酸,ρ1.67 g/mL。
- 5.2.4 氢氟酸,ρ1.15 g/mL。
- 5.2.5 盐酸,ρ1.19 g/mL。
- 5.2.6 盐酸,1+9。
- 5.2.7 铁溶液,10 g/L。
 - 5.2.7.1 准确称取 10.000 g 纯铁(99.98%,铝含量小于 0.01%),置于 600 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(5.2.5),缓慢加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
 - 5.2.7.2 准确称取 5.000 g 纯铁(99.98%,铝含量小于 0.01%),置于 600 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸(5.2.5),缓慢加热至完全溶解,加入 25 mL 高氯酸(5.2.3),加热至冒高氯酸烟,冷却,加入 50 mL 盐酸(5.2.5)待溶液澄清,再加入 50 mL 水。

将盛有 7.5 g 混合熔剂(5.2.1)的铂坩埚置于 1 000℃ 高温炉中熔融,放置冷却,浸入上述铁溶液中,缓慢加热至熔块完全溶解,用水洗净坩埚并取出,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.8 校准曲线底液

将盛有 7.5 g 混合熔剂(5.2.1)的铂坩埚在 1 000℃高温炉中熔融,放置冷却,浸入盛有 30 mL 盐酸(5.2.5)、15 mL 高氯酸(5.2.3)和 50 mL 水的 250 mL 烧杯中,缓慢加热至熔块完全溶解,用水洗净坩埚并取出,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.9 铝标准溶液

准确称取 1.000 0 g 除去表面氧化物的高纯金属铝($\geq 99.9\%$),置于 600 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(5.2.5),加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铝 1 mg。

5.3 仪器与设备

分析中,除使用通常的实验室仪器、设备外,还使用原子吸收光谱仪。原子吸收光谱仪应备有一氧化二氮-乙炔火焰燃烧器,铝空心阴极灯。

所用原子吸收光谱仪应达到下列技术指标:

5.3.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液,测定 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不超过平均值的 1.0%。

用最低浓度的标准溶液(不是零校准溶液),测定 10 次吸光度,并计算其标准偏差。该标准偏差不超过最高浓度标准溶液的平均吸光度值的 0.5%。

5.3.2 校准曲线的线性

校准曲线按浓度分为 7 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.8。

5.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料量

称取 1.00 g 试料,精确至 0.000 1 g。

5.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。在所有情况下除加入 50 mL 铁溶液(5.2.7.1)外,皆按相同分析步骤进行,并使用相同量的所有试剂。

5.5.3 测定

5.5.3.1 试料溶液的制备

将试料(5.5.1)置于 100 mL 铂皿中,加入 10 mL 硝酸(5.2.2),逐渐缓慢滴加(每加一次要摇动容器,使之渐渐发生反应)10 mL 氢氟酸(5.2.4),在室温下反应进行至停止冒气泡为止。

加入 5 mL 高氯酸(5.2.3),加热至冒高氯酸烟至近干,冷却,向烧杯中加入 30 mL 盐酸(5.2.6)[若试样中硅含量等于或大于 65%,则向得到的溶液中加入 30 mL 铁溶液(5.2.7.1)]。加热溶解可溶性盐类,用慢速定量滤纸过滤残渣,用 250 mL 烧杯收集滤液。用约 100 mL 温水洗涤残渣和滤纸。

将滤纸及残渣移入铂坩埚中,先低温灰化后,于 1 000℃高温炉中灼烧 15 min,取出冷却。加入 1.5 g 混合熔剂(5.2.1),于 250℃电热板上加热 15 min 后,置于 1 000℃高温炉中熔融 15 min,取出稍冷。

将坩埚放入盛有滤液的烧杯中,加入 15 mL 盐酸(5.2.5),慢慢加热至熔块完全溶解。洗净并取出坩埚,加热调整溶液体积约为 60 mL,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.3.1.1 铝含量小于 0.5%

取试液(5.5.3.1)按 5.5.3.2 测定。

5.5.3.1.2 铝含量 0.5%~1.25%

分取 20.00 mL 试液(5.5.3.1)于 50 mL 容量瓶中,用滴定管加入 24.00 mL 铁溶液(5.2.7.2),用

水稀释至刻度,混匀。按 5.5.3.2 测定。

5.5.3.1.3 铝含量≥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料空白溶液的吸光度,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:

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

式中:

- C₁——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(μg/mL);
- C₂——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(μg/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。

表 5%(质量分数)

铝含量	允 许 差
0.05~0.30	0.03
>0.30~0.60	0.05
>0.60~1.00	0.07
>1.00~2.00	0.10
>2.00~3.50	0.15
>3.50~5.00	0.20

6 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作。
-

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

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