



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, ρ 1.42 g/mL。

3.2.3 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.4 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.5 盐酸, ρ 1.19 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。