

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铝量

UDC 669.15/782
:543.06

GB 4333.9—88

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
The flame atomic absorption spectrometric method
for the determination of aluminium content

本标准等效采用国际标准 ISO 4139—1979《硅铁——铝量的测定——火焰原子吸收光谱法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定铝量。

本标准适用于硅铁中铝量的测定,测定范围:0.05%~5.00%。

2 方法提要

试样以硝酸、氢氟酸和高氯酸溶解,蒸发溶液至冒高氯酸白烟。

用碳酸钠和硼酸混合物熔融残渣,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 谱线,用原子吸收光谱仪测定铝量。

3 试剂

3.1 碳酸钠无水。

3.2 硼酸结晶。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.16 g/mL)。

3.5 高氯酸(ρ 1.68 g/mL)。

3.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.7 盐酸(1+9)。

3.8 铁溶液:10 g/L。

称取 10.000 g 纯铁(99.99%,无铝),置于 600 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.6),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。

3.9 铁溶液:10 g/L。

称取 5.000 g 纯铁(99.99%,无铝),置于 600 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸(3.6),缓慢加热至完全溶解,加入 25 mL 高氯酸(3.5),加热至冒高氯酸白烟,冷却,加入 50 mL 盐酸(3.6),待溶液澄清,再加入 50 mL 水。

将盛有 5 g 碳酸钠(3.1)及 2.5 g 硼酸(3.2)混合物的铂坩埚在 1 000 C 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,从烧杯中取出坩埚,并用水仔细洗净,洗液收集入原烧杯中,冷却,然后将烧杯中溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10 标准曲线底液:将盛有 5 g 碳酸钠(3.1)及 2.5 g 硼酸(3.2)混合物的铂坩埚在 1 000 C 高温炉中熔融,放置冷却,浸入盛有 30 mL 盐酸(3.6),15 mL 高氯酸(3.5)和 50 mL 水的 250 mL 烧杯中,缓慢加热至熔块完全溶解,从烧杯中取出坩埚并仔细淋洗入烧杯中,冷却,然后将烧杯中溶液移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.11 铝标准溶液:1 g/L

称取 1.000 0 g 纯铝(99.99%),置于 600 mL 烧杯中,用 30 mL 盐酸(3.6)溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

- 4.1 铂坩埚:容积约 40 mL。
- 4.2 聚四氟乙烯烧杯或铂皿:容积适宜即可。
- 4.3 原子吸收光谱仪:带有一氧化二氮-乙炔火焰燃烧器。
- 4.4 铝空心阴极灯。
- 4.5 仪器最佳工作条件参数见附录 A(参考件)。

5 试样

试样应通过 0.125 mm 筛孔。

6 分析步骤

6.1 安全措施

氨或有机物存在下,冒高氯酸烟易发生爆炸,应防止。

6.2 测定数量

对同一试样应独立分析两次,取其平均值。

6.3 试样量

称取 1.000 0 g 试样。

6.4 空白试验

随同试样做空白试验。在所有情况下除了加入 50 mL 铁溶液(3.8)外,皆按相同分析步骤进行,并使用相同量的所有试剂。

6.5 测定

6.5.1 试液的制备

将试样(6.3)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯或者约 100 mL 铂皿(4.2)中,加入 10 mL 硝酸(3.3),然后小心地逐渐滴加(每滴加一次要摇动容器,使之渐渐发生反应)10 mL 氢氟酸(3.4),在室温下让反应进行至停止冒气泡为止。

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(3.8)。

在所有情况下都加入 5 mL 高氯酸(3.5)。将烧杯放在电热板上,于不超过 350 C 的温度下加热至冒大量白色高氯酸烟,冷却。向烧杯中加入 30 mL 盐酸(3.7),加热至所有可溶性盐溶解,用致密滤纸过滤残渣,用 250 mL 烧杯收集滤液。用约 100 mL 温水洗涤残渣和滤纸,以除去剩下的痕量高氯酸。

把滤纸放入铂坩埚(4.1)中。

将坩埚放入高温炉中,先低温灰化,然后在 1 000 C 灼烧约 15 min。在干燥器内冷却。

向坩埚中加入 1 g 碳酸钠(3.1)及 0.5 g 硼酸(3.2),在电热板上于 250 C 加热 15 min,然后在 1 000 C 的高温炉中灼烧 15 min。

将冷却了的坩埚放入盛有滤液的烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.6),缓慢地加热至熔块完全溶解。

从烧杯中取出坩埚,小心淋洗,淋洗液放在烧杯中,在中等温度下浓缩溶液使其体积保持在约

60 mL, 冷却。将烧杯中溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

6.5.1.1 铝量少于 0.50% (m/m)

取试液(6.5.1)按6.5.2测量。

6.5.1.2 铝量0.50%~1.25% (m/m)

分取20.00 mL 试液(6.5.1)于50 mL 容量瓶中, 用滴定管加入24.00 mL 铁溶液(3.9), 用水稀释至刻度, 混匀。按6.5.2测量。

6.5.1.3 铝量1.25%~5.00% (m/m)

分取5.00 mL 试液(6.5.1)于50 mL 容量瓶中, 用滴定管加入36.00 mL 铁溶液(3.9), 用水稀释至刻度, 混匀。按6.5.2测量。

注: 根据所用仪器的灵敏度可以在较大的容量瓶中稀释。

6.5.2 光谱测量

开动火焰原子吸收光谱仪(4.3), 并使铝空心阴极灯(4.4)有充分时间保证达到稳定。

调波长至309.3 nm。根据燃烧器特性调一氧化二氮和乙炔的压力。使用一个已知浓度的铝溶液以获得最佳信号, 根据仪器可以变动铝溶液浓度以获得最大灵敏度和稳定性。

用绘制校准曲线(6.6)的试剂空白试验溶液调仪器零点后, 测量试液(6.5.1.1或6.5.1.2或6.5.1.3)的吸光度。

注: 在一氧化二氮-乙炔火焰中, 铝被部分地离子化。铁起到离子化缓冲作用, 因而增强了铝的信号。试验表明在所有条件下, 每升溶液中含3~10 g 铁增强作用是常数。

6.6 校准曲线的绘制

向8个100 mL 容量瓶中分别加入50.0 mL 铁溶液(3.9)和20.00 mL 校准曲线底液(3.10)。然后按表1所示分别加入铝校准溶液(3.11), 用水稀释至刻度, 混匀。

在6.5.2规定的条件下测量每个校准溶液的吸光度。

以硅铁中铝的质量百分数为横坐标, 相应的吸光度值为纵坐标绘制校准曲线。

表 1

铝标准溶液(3.11) mL	相应的铝的质量 mg	相当于试样中铝的质量百分数		
		溶液(6.5.1.1) 1 g/100 mL	溶液(6.5.1.2) 1 g/250 mL	溶液(6.5.1.3) 1 g/1000 mL
0 ¹⁾	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

注: 1) 校准曲线的试剂空白试验溶液。

7 结果计算

利用校准曲线, 从试样溶液和空白试验溶液测得的吸光度求出相应的浓度, 并以两个浓度的差值计算硅铁中铝的质量百分数。

铝的百分含量 Al(%)按下式计算:

$$Al = \frac{(c_1 - c_2) \times V}{m \cdot r} \times 10^{-1}$$

式中： c_1 ——从校准曲线上查得试样溶液的铝浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

c_2 ——从校准曲线上查得空白试验的铝浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——试液的总体积， mL ；

r ——分取试液比；

m ——试样量， g 。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

μg

铝 量	允 许 差
0.05~0.10	0.02
>0.10~0.20	0.03
>0.20~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.07
>1.00~2.00	0.10
>2.00~3.50	0.15
>3.50~5.00	0.20

附 录 A
3030 B 型原子吸收光谱仪工作条件参数
(参考件)

3030B 型原子吸收光谱仪工作条件参数见表 A1。

表 A1

波长 nm	狭缝 mm	灯电流 mA	观测高度 cm	一氧化二氮流量 L/min	乙炔流量 L/min
309.3	0.7	20	5	13.5	4.5

附加说明：

本标准由上海铁合金厂、冶金工业部情报标准研究所负责起草。

本标准主要起草人孙其达、吴国芳、詹昭香。