



中华人民共和国国家标准

GB/T 4333.8—2022

代替 GB/T 4333.8—1988

硅铁 钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Ferrosilicon—Determination of calcium content—
Flame atomic absorption spectrometry

2022-03-09 发布

2022-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 4333 的第 8 部分。GB/T 4333 已经发布了以下部分：

- 硅铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法；
- 硅铁化学分析方法 钼磷钼蓝光度法测定磷量；
- 硅铁化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量；
- 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；
- 硅铁 硅、锰、铝、钙、铬和铁含量的测定 波长色散 X-射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)；
- 硅铁 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 硅铁 硫含量的测定 红外线吸收法和色层分离硫酸钡重量法；
- 硅铁 钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 硅铁 碳含量的测定 红外线吸收法。

本文件代替 GB/T 4333.8—1988《硅铁化学分析方法 原子吸收光谱法测定钙量》，与 GB/T 4333.8—1988 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 镧溶液溶解中补加了盐酸(见 5.8)；
- b) 将铂皿更换为聚四氟乙烯烧杯(见 8.5.1, 1988 年版的 6.6.1)；
- c) 溶样方法中增加了盐酸(见 8.5.1)；
- d) 溶样方法中将高氯酸的用量由 5 mL 调整为 3 mL(见 8.5.1, 1988 年版的 6.6.1)；
- e) 更改了低浓度校准曲线的绘制(见 8.6.1, 1988 年版的 6.7.1)；
- f) 更改了高浓度校准曲线绘制，删除了分取步骤(见 8.6.2, 1988 年版的 6.7.2)；
- g) 进行了实验室间精密度共同试验，用统计得到的重复性限(r)和再现性限(R)代替了“允许差”(见第 10 章, 1988 年版的第 8 章)；
- h) 增加了试验报告的内容(见第 11 章)；
- i) 增加了规范性附录“试验分析结果接受程序流程图”(见附录 A)；
- j) 删除了精密度指标变异系数的计算(见 1988 年版的附录 A)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本文件起草单位：首钢股份公司迁安钢铁公司、广东韶钢松山股份有限公司、鄂尔多斯市西金矿冶有限责任公司、河北津西国际贸易有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：孙茂林、吴耐、王贵玉、张广治、张希静、邢文青、闫丽、腰瑞雪、王岩、顾红琴、徐佳、刘正华、金伟、马宁、李京霖、黄波、杜士毅、于春波、叶小爽、陈会娟、邓朝刚、孙红敬、焦丽、张晨。

本文件于 1988 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

由于硅铁检测过程中涉及的检测元素较多,元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证硅铁检测标准的方便及准确,我们针对硅铁不同元素的分析方法,已经建立了支撑硅铁检测的国家标准体系。GB/T 4333 是我国硅铁检测的基础标准,由以下九个部分构成:

- 硅铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法。目的在于测量硅铁中的硅含量,采用高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法。
- 硅铁化学分析方法 铋磷钼蓝光度法测定磷量。目的在于测量硅铁中的磷含量,采用铋磷钼蓝光度法。
- 硅铁化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量。目的在于测量硅铁中的锰含量,采用高碘酸钾光度法。
- 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。目的在于测量硅铁中的铝含量,采用天青 S 分光光度法、EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法。
- 硅铁 硅、锰、铝、钙、铬和铁含量的测定 波长色散 X-射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)。目的在于测量硅铁中的硅、锰、铝、钙、铬和铁含量,采用波长色散 X-射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)。
- 硅铁 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法。目的在于测量硅铁中的铬含量,采用二苯基碳酰二肼分光光度法。
- 硅铁 硫含量的测定 红外线吸收法和色层分离硫酸钡重量法。目的在于测量硅铁中的硫含量,采用红外线吸收法和色层分离硫酸钡重量法。
- 硅铁 钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于测量硅铁中的钙含量,采用火焰原子吸收光谱法。
- 硅铁 碳含量的测定 红外线吸收法。目的在于测量硅铁中的碳含量,采用红外线吸收法。

另外,原《硅铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铝量》部分的内容已并入《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》,该部分现已经作废。

硅铁 钙含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件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

本文件规定了火焰原子吸收光谱法测定硅铁中的钙含量。

本文件适用于硅铁中钙含量的测定。测定范围(质量分数):0.050%~2.50%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以硝酸、氢氟酸、盐酸分解,高氯酸冒烟蒸干,在盐酸介质中以镧盐为释放剂,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰测定钙的吸光度,并计算钙的含量。

5 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级以上蒸馏水或纯度相当的水。

5.1 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。