

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法  
原子吸收光谱法测定钙量

UDC 669.15:782  
:543.42:546  
.41  
GB 4333.8—88

代替 GB 4333.8—84

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

### 1 主题内容及适用范围

本标准规定了原子吸收光谱法测定钙量。

本标准适用于硅铁中钙量的测定。测定范围:0.050%~1.80%。

### 2 方法提要

试样以硝酸、氢氟酸分解,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。

### 3 试剂

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

3.3 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.4 盐酸(1+4)。

3.5 盐酸(1+99)。

3.6 抗坏血酸溶液(25 g/L)。

3.7 镧溶液:称取10 g 氧化镧(99.99%),置于250 mL烧杯中,加入100 mL水、10 mL盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),置于电热板上加热至完全溶解,蒸发至约5 mL,取下加入100 mL水溶解盐类,冷却,用水稀释至500 mL,混匀。此溶液1 mL约含0.017 g 镧。

3.8 铁溶液:称取14.5 g 三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),置于500 mL烧杯中,加入200 mL水、10 mL盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),溶解后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含3 mg铁。

3.9 钙标准溶液:称取0.249 7 g 预先在105~110℃的烘箱中烘至恒量的无水碳酸钙基准试剂,置于250 mL的烧杯中,加入30 mL水、10 mL盐酸(1.19 g/mL),加热溶解后煮沸2 min,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$  钙。

### 4 仪器

除一般仪器外,还需要如下仪器:

4.1 铂皿,容积约150~200 mL。

4.2 原子吸收光谱仪,带有空气-乙炔燃烧器。

4.3 钙空心阴极灯。

## 5 试样

试样应通过0.125 mm筛孔。

## 6 分析步骤

### 6.1 安全措施

冒高氯酸白烟时附近不能有氨及有机物存在,以防止发生爆炸。

### 6.2 测定次数

对同一试样应独立分析两次,取其平均值。

### 6.3 试样量

称取0.100 0 g试样。

### 6.4 空白试验

随同试样做空白试验。

### 6.5 仪器校正试验

当原子吸收光谱仪已校正至最佳状态后其精密度应满足以下两项指标。

6.5.1 测量最高校准溶液吸光度10次,计算吸光度的平均值和标准偏差。其标准偏差相对于吸光度平均值的变异系数不得超过1.5%。

6.5.2 测量最低校准溶液(不是“零”校准溶液)吸光度10次,计算其标准偏差。该标准偏差相对于最高校准溶液的吸光度平均值的变异系数不得大于0.5%。变异系数的计算见附录A(补充件)。WYX-401型原子吸收光谱仪的工作参数见附录B(参考件)。

### 6.6 测定

6.6.1 将试样(6.3)置于铂皿(4.1)中,加入3 mL硝酸(3.1),滴加3 mL氢氟酸(3.2),置于电热板上加热溶解,加入5 mL高氯酸(3.3),继续加热蒸发至干。取下冷却。

6.6.2 加入10 mL盐酸(3.4),加热溶解盐类,取下冷却。

6.6.3 将溶液移入200 mL容量瓶中,加入10 mL抗坏血酸溶液(3.6);如试液中含50 mg铁时则加入20 mL抗坏血酸溶液,混匀。加入10.00 mL镧溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。

若试液中钙的浓度超过工作曲线中钙的最高浓度时,则从容量瓶中移取50.00 mL溶液,置于100 mL容量瓶中,补加2.50 mL镧溶液(3.7),用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。

6.6.4 将溶液在原子吸收光谱仪波长422.7 nm处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量其吸光度。

### 6.7 校准曲线的绘制

#### 6.7.1 低浓度校准曲线的绘制

6.7.1.1 移取0、1.50、3.00、4.50、6.00、7.50、9.00 mL钙标准溶液(3.9),分别置于一组200 mL容量瓶中。

6.7.1.2 加入与试样(6.3)中铁量相当的铁溶液(3.8),加入10 mL抗坏血酸溶液(3.6),混匀。加入10.00 mL镧溶液(3.7),用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。以下按6.6.4测定校准溶液的吸光度,减去补偿溶液(不加钙的校准溶液)的吸光度,以钙的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

#### 6.7.2 高浓度校准曲线的绘制

6.7.2.1 移取0、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00、18.00 mL钙标准溶液(3.9),分别置于一组200 mL容量瓶中,以下按6.7.1.2进行。

6.7.2.2 从一组200 mL容量瓶中(6.7.2.1)各取出50 mL溶液,分别置于一组100 mL容量瓶中,补加2.5 mL镧溶液(3.7),用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。以下按6.6.4测定校准溶液的吸光度,减去补偿溶液(不加钙的校准溶液)的吸光度,以钙的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

## 7 分析结果的计算

按下式计算钙的百分含量：

$$\text{Ca}(\%) = \frac{(c_1 - c_2)V}{m \cdot r} \times 10^{-4}$$

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

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

$V$ ——试液的总体积， $\text{mL}$ ；

$m$ ——试样量， $\text{g}$ ；

$r$ ——分取试液比。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

钙 量	允 许 差
0.050~0.100	0.015
>0.100~0.250	0.025
>0.250~0.500	0.035
>0.500~0.800	0.045
>0.800~1.200	0.055
>1.20~1.80	0.07

**附录 A**  
**精密度指标变异系数的计算**  
(补充件)

最高浓度校准溶液、最低浓度校准溶液吸光度读数的变异系数计算公式如下：

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum(C - \bar{C})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{O}} \sqrt{\frac{\sum(O - \bar{O})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： $S_c$ ——最高浓度校准溶液吸光度的变异系数；  
 $S_o$ ——最低浓度校准溶液吸光度的变异系数；  
 $C$ ——最高浓度校准溶液吸光度；  
 $\bar{C}$ ——最高浓度校准溶液吸光度平均值；  
 $O$ ——最低浓度校准溶液吸光度；  
 $\bar{O}$ ——最低浓度校准溶液吸光度平均值。

**附录 B**  
**WYX-401原子吸收光谱仪工作条件参数**  
(参考件)

工作条件参数

波 长 nm	狭 缝 mm	灯 电 流 mA	燃 烧 器 高 度 mm	燃 烧 器 角 度 (°)	空 气 流 量 L/min	乙 炔 流 量 L/min
422.7	0.1	4	2	0	9.0	1.2

**附加说明：**

本标准由吉林铁合金厂起草。  
 本标准主要起草人段曙东、董保振。

本标准水平等级标记 GB 4333.8—88 I