



中华人民共和国国家标准

GB/T 4333.6—2019
代替 GB/T 4333.6—1988

硅铁 铬含量的测定 二苯基碳酰二胂分光光度法

Ferrosilicon—Determination of chromium content—
Diphenylcarbazide spectrophotometric method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4333 硅铁的分析方法分为 9 部分：

- GB/T 4333.1 硅铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法；
- GB/T 4333.2 硅铁化学分析方法 钼磷钼蓝光度法测定磷量；
- GB/T 4333.3 硅铁化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量；
- GB/T 4333.4 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 4333.5 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)；
- GB/T 4333.6 硅铁 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- GB/T 4333.7 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；
- GB/T 4333.8 硅铁化学分析方法 原子吸收光谱法测定钙量；
- GB/T 4333.10 硅铁 碳含量的测定 红外线吸收法。

本部分为 GB/T 4333 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4333.6—1988《硅铁化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量》。本部分与 GB/T 4333.6—1988 相比,主要技术变化如下：

- 修改了范围,测定范围(质量分数)由 0.100%~0.600%调整为 0.010%~0.600%(见第 1 章,1988 年版的第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 修改了配制二苯基碳酰二肼乙醇溶液时需加的溶液为无水乙醇(见 4.9,1988 年版的 3.9)；
- 增加了取样和制样(见第 6 章)；
- 增加了测定次数(见 7.2)；
- 修改了分析步骤,如“冒高氯酸烟约 3 min”改为“继续加热蒸发冒高氯酸烟至溶液约 4 mL 左右”；“使铬充分氧化并使过硫酸铵完全溶解”改为“至溶液出现稳定红色再保持溶液微沸 5 min,使铬充分氧化并使过硫酸铵完全分解”(见 7.5,1988 年版的 5.3)；
- 修改了允许差的内容,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 9 章,1988 年版的第 7 章)；
- 增加了试验报告的内容(见第 10 章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:武钢集团昆明钢铁股份有限公司、鄂尔多斯市西金矿冶有限责任公司、本钢板材股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:陶俊、赵宇、许涯平、孙肖媛、隋月斯、马宁、王文锋、曾海梅、阚利志、张坤、陈刚、苟敏、吕芬、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4333.6—1984、GB/T 4333.6—1988。

硅铁 铬含量的测定

二苯基碳酰二肼分光光度法

警示——使用本部分的人员应具有正规实验室工作实践经验。本部分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 的本部分规定了采用二苯基碳酰二肼分光光度法测定硅铁中的铬含量。

本部分适用于硅铁中铬含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.600%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

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 原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟除去硅,在硝酸银溶液中以过硫酸铵氧化铬至正六价,加入过量碳酸钠溶液,使铁、锰等元素生成沉淀与铬分离。分取部分滤液,在硫酸介质中使六价铬与二苯基碳酰二肼反应生成紫红色化合物,于分光光度计波长 550 nm 处,测量其吸光度,计算铬的质量分数。

4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用确认为分析纯的试剂,试验用水为 GB/T 6682 规定的三级及三级以上蒸馏水或纯度与其相当的水。

4.1 硝酸, $\rho=1.42$ g/mL。

4.2 氢氟酸, $\rho=1.15$ g/mL。

4.3 高氯酸, $\rho=1.67$ g/mL。