ICS 77.120.10
H 12

中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.1—2007
代替 GB/T 14849.1—1993

工业硅化学分析方法 第1部分：铁含量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of silicon metal—Part 1: Determination of iron content—1,10-Phenanthrolion spectrophotometric method

2007-10-25 发布　　2008-04-01 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 14849《工业硅化学分析方法》分为四部分：

——第1部分：铁含量的测定　1,10-二氮杂菲分光光度法

——第2部分：铝含量的测定　铬天青-S分光光度法

——第3部分：钙含量的测定

——第4部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定元素含量

本部分为GB/T 14849的第1部分。

本部分代替GB/T 14849.1—1993《工业硅化学分析方法　1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》。与GB/T 14849.1—1993相比，主要变化如下：

——增加了“重复性”和“质量保证与控制”条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由抚顺铝业有限公司负责起草。

本部分主要起草人：杨丽梅、杨宇宏、徐铁铃、计春雷。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14849.1—1993。

工业硅化学分析方法
第1部分:铁含量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了工业硅中铁含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.10%~0.65%。

2 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸分解,硫酸冒烟驱除硅、氟等,残渣用盐酸溶解。用盐酸羟胺将Fe(Ⅲ)还原至(Ⅱ)。在pH3~5的微酸性介质中,铁与1,10-二氮杂菲生成红色络合物。于分光光度计波长510 nm测量其吸光度。

3 试剂

3.1 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

3.6 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取1.25 g 1,10-二氮杂菲($C_{12}H_8O_2 \cdot H_2O$)置于烧杯中,加入2 mL盐酸(3.4),加入约300 mL水,溶解后用水稀释至500 mL,混匀。

3.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取272 g乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)置于烧杯中,加入500 mL水,溶解后过滤于1 000 mL容量瓶中,加入240 mL冰乙酸(ρ1.05 g/mL),用水稀释至刻度,混匀。

3.8 混合显色溶液:将盐酸羟胺溶液(3.5),1,10-二氮杂菲溶液(3.6)和乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.7)以(1+1+2)的体积混匀。一周内使用。

3.9 铁标准贮存溶液:称取0.286 0 g预先在600℃灼烧1 h并于干燥器中冷却至室温的三氧化二铁置于烧杯中,加入30 mL盐酸(3.4),低温加热溶解,冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含200 μg铁。

3.10 铁标准溶液:移取50.00 mL铁标准贮存溶液(3.9)于200 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。溶液1 mL含50 μg铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

试样应全部通过0.149 mm的标准筛,并用磁铁吸去铁粉。

6 分析步骤

6.1 试料

称取1 g试样(5),精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于100 mL铂皿中，加入0.5 mL硫酸(3.3)、20 mL～25 mL氢氟酸(3.1)，分次滴加硝酸(3.2)直至试料大部分溶解，移铂皿于沙浴上，加热至试料完全溶解，并蒸干。

6.4.2 将铂皿置于450℃±25℃的高温炉中，冒尽硫酸烟，取出，冷却。

6.4.3 于铂皿中加入5.0 mL盐酸(3.4)，沿皿壁加入20 mL～30 mL水，加热至残渣完全溶解，冷却。移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.4 按表1移取试液(6.4.3)置于100 mL容量瓶中。

表1

铁的质量分数/%	移取试液体积/mL
0.10～0.20	50.00
>0.20～0.65	20.00

6.4.5 加入20 mL混合显色溶液(3.8)，用水稀释至刻度，混匀。放置15 min。

6.4.6 将部分溶液(6.4.5)移入1 cm吸收皿中，以水为参比，于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。

6.4.7 减去空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL铁标准溶液(3.10)，分别置于一组100 mL容量瓶中。

6.5.2 按表1加入与移取试液体积相等的空白试验溶液(6.3)，以下按6.4.5～6.4.6进行。

6.5.3 减去空白试验溶液的吸光度，以铁的质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算铁的质量分数w，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Fe}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

m_1——自工作曲线上查得的铁的质量，单位为微克(μg)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)；

V_1——分取试液体积，单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表 2

铁的质量分数/%	重复性限 r/%
0.184	0.017
0.334	0.023
0.502	0.023

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

铁的质量分数/%	允许差/%
0.100～0.300	0.030
>0.300～0.650	0.040

9 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业级标准样品，每六个月校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。