ICS 77.120.10
H 12

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.2—2007
代替 GB/T 14849.2—1993

# 工业硅化学分析方法
# 第 2 部分:铝含量的测定
# 铬天青-S 分光光度法

**Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 2:Determination of aluminum content—
Chrome azurol S 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2部分。

本部分代替GB/T 14849.2—1993《工业硅化学分析方法　铬天青-S分光光度法测定铝量》。与GB/T 14849.2—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：徐铁玲、计春雷、杨宇宏、原建昌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14849.2—1993。

# 工业硅化学分析方法
# 第2部分:铝含量的测定
# 铬天青-S分光光度法

## 1 范围

本部分规定了工业硅中铝含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中铝含量的测定。测定范围(质量分数):0.02%～0.30%。

## 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。用抗坏血酸掩蔽铁的干扰,在pH5.5～6.1的六次甲基四胺介质中,铝与铬天青-S生成紫红色络合物。于分光光度计波长545 nm处测量其吸光度。

## 3 试剂

3.1 氢氟酸($\rho$ 1.14 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 抗坏血酸溶液(10 g/L)。用时现配。

3.6 六次甲基四胺溶液(300 g/L)。

3.7 铬天青-S乙醇溶液(0.3 g/L):称取0.30 g铬天青-S置于烧杯中,加水和无水乙醇各25 mL,溶解后加入475 mL水,用无水乙醇稀释至1 000 mL,混匀。

3.8 铝标准贮存溶液:称取0.250 0 g金属铝置于聚乙稀杯中,加入约20 mL水、3.0 g氢氧化钠,待反应缓慢后,于水浴上加热至溶解完全。用盐酸(3.4)缓慢中和至出现沉淀并加入过量的20 mL盐酸(3.4),加热至溶液澄清,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250 μg铝。

3.9 铝标准溶液:移取10.00 mL铝标准贮存溶液(3.8)于500 mL容量瓶中,加入4.0 mL盐酸(3.4)用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含5 μg铝。

## 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(5.4)，沿皿壁加入 20 mL～30 mL 水，加热至残渣完全溶解，冷却。将试液移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此为试液 A。

6.4.4 移取 50.00 mL 试液 A 于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此为试液 B。

6.4.5 按表 1 移取试液 B(6.4.4)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至约 30 mL。

表 1

| 铝的质量分数/% | 移取试液 B 的体积/mL |
|---|---|
| 0.10～0.25 | 25.00 |
| >0.25～0.30 | 10.00 |

6.4.6 加入 5 mL 抗坏血酸溶液(3.5)、10.0 mL 铬天青-S 乙醇溶液(3.7)、5.0 mL 六次甲基四胺溶液(3.6)。每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度，混匀。放置 20 min。

6.4.7 将部分溶液(6.4.6)移入 1 cm 吸收池中，以空白试验溶液(6.3)为参比，于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度。

6.4.8 从工作曲线上查出相应的铝的质量。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 1 移取与试液 B 的体积相等的空白试验溶液(6.3)分别置于一组 100 mL 容量瓶中，各加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铝标准溶液(3.9)，用水稀释至约 30 mL，以下按 6.4.6～6.4.7 进行。

6.5.2 以铝的质量为横坐标，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)计算铝的质量分数 $w$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Al})=\frac{m_1 \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1 \cdot V_3}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

$m_1$——自工作曲线上查得的铝的质量，单位为微克(μg)；

$V_0$——试液 A 的总体积，单位为毫升(mL)；

$V_1$——移取试液 A 的体积，单位为毫升(mL)；

$V_2$——试液 B 的总体积，单位为毫升(mL)；

$V_3$——移取试液 B 的体积，单位为毫升(mL)；

$m_0$——试料的质量，单位为克(g)。

## 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

| 铝的质量分数/% | 重复性限 $r$/% |
|---|---|
| 0.024 | 0.002 |
| 0.078 | 0.004 |
| 0.300 | 0.017 |

## 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

| 铝的质量分数/% | 允许差/% |
|---|---|
| 0.020～0.10 | 0.004 |
| >0.10～0.30 | 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。