

附录 A  
(资料性附录)

标准贮存溶液的制备

A.1 铁标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 金属铁( $\geq 99.99\%$ )于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(3.4)加热溶解完全,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,补加 30 mL 盐酸(3.4),用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铁。

A.2 铝标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 金属铝( $\geq 99.99\%$ )于聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 水及 3 g 氢氧化钠(优级纯),使其完全溶解后,用盐酸(3.4)慢慢中和至出现沉淀,并过量 20 mL,加热使其溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铝。

A.3 钙标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 2.497 1 g 预先于 105℃ 烘干的碳酸钙(基准试剂或优级纯),置于烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 水,逐滴加入盐酸(3.4)至完全溶解,再加入 10 mL 盐酸(3.4),煮沸除去二氧化碳,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。

A.4 锰标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 锰( $\geq 99.99\%$ ),置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.4),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锰。

A.5 钛标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 金属钛( $\geq 99.99\%$ )于铂坩埚中,加入少许水,慢慢滴加氢氟酸使样品溶解,滴加硝酸将低价钛完全氧化,加入 10 mL 硫酸(3.8),摇匀,加热蒸发至刚冒硫酸白烟,取下冷却后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(5%)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钛。

A.6 镍标准贮存溶液(1.0 mg/mL):

准确称取 1.000 0 g 镍( $\geq 99.99\%$ )置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.4),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镍。



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.4—2008

## 工业硅化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of silicon metal—  
Part 4: Determination of elements content  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method



GB/T 14849.4—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-32554

定价: 10.00 元

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%。重复性限( $r$ )按表3数据采用线性内插法求得。

表 3

质量分数/%	0.005 0	0.010 0	0.050	0.100	0.50	1.00
重复性限 $r$ /%	0.000 5	0.002 0	0.004 0	0.011	0.03	0.06

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表 4

质量分数/%	0.005 0	0.010 0	0.050	0.100	0.50	1.00
允许差 $R$ /%	0.000 7	0.002 0	0.005 0	0.012	0.030	0.07

9 质量保证与控制

每月用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
工业硅化学分析方法  
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  
GB/T 14849.4—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-32554 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

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

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

将试料(6.1)置于 100 mL 铂皿中,用水润湿,分次加入 10 mL 氢氟酸(3.2),待剧烈反应停止后,滴加硝酸(3.3)至试料完全溶解,加入 1 mL 高氯酸(3.2),继续加热使试样溶解完全,并冒尽高氯酸白烟,取下冷却。加入 5 mL 盐酸(3.4),用少许水洗皿壁,加热使残渣完全溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

注:在做低含量的易污染的元素 Ca、Al 时,应使用高纯酸和石英亚沸蒸馏水,还应注意分析器皿的清洁。

6.5 系列标准溶液的配制

6.5.1 在一组 100 mL 容量瓶中加入适量待测元素标准溶液(3.6),其介质和酸度与试样溶液一致,以水稀释到刻度混匀。以不加标准溶液的试液作为空白溶液,待测元素含量应在所做工作曲线范围之内,系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般取 3 个~5 个。

6.5.2 根据样品的牌号也可选择相应的标准系列样品(国家一级标样),按(6.4)分析试液制备方法配置系列标准溶液,系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般取 3 个~5 个。

6.6 测定

6.6.1 各待测元素的推荐分析线见表 2。

表 2

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Fe	259.940	Ti	334.941
Mn	257.610	Ni	231.604
Al	396.152	Ca	315.887

6.6.2 分析条件

将标准系列溶液(6.5)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪(4)中,输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件,在各元素选定的波长处,测定系列标准溶液中各元素的强度,当工作曲线的线性相关系数≥0.999 5 时,即可进行分析溶液(6.4)的测定,根据光强度和浓度的关系计算机自动给出样品中各元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

按式(1)计算各待测元素的质量分数:

$$w(X) = \frac{(c - c_0) \times V \times R \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w(X)——待测元素的质量分数,(%)
- c——自工作曲线上查得被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c<sub>0</sub>——自工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——测定试液体积,单位为毫升(mL);
- m<sub>0</sub>——试料的质量,单位为克(g);
- R——稀释系数。

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 火焰原子吸收光谱法、偶氮氯膦 I 分光光度法;
- 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。

本部分为第 4 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

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。

本部分负责起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:东北轻合金有限责任公司、包头铝业股份有限公司、西南铝业(集团)有限责任公司、山西晋能集团大同能源发展有限公司。

本部分主要起草人:李跃平、石磊、张树朝、张洁、吴豫强、周兵、姜伟、金建华、刘双庆、牟利娟、张艾芬。