

ICS 77.120.10
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.3—2007
代替 GB/T 14849.3—1993

GB/T 14849.3—2007

工业硅化学分析方法 第3部分：钙含量的测定

Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 3: Determination of calcium content

中华人民共和国
国家标准
工业硅化学分析方法
第3部分：钙含量的测定
GB/T 14849.3—2007

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 0.75 字数 12 千字
2008年2月第一版 2008年2月第一次印刷

书号：155066·1-30582 定价 14.00 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



GB/T 14849.3—2007

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

本部分为第 3 部分。

本部分的方法一和方法二分别为火焰原子吸收光谱法和偶氮氯膦 I 分光光度法。

对分析结果有争议时，以方法一为仲裁分析方法。

本部分方法一是对 GB/T 14849.3—1993《工业硅化学分析方法 钙量的测定》的修订。为体现标准的协调性，实现分析方法标准与产品标准相匹配，将本部分两个方法的测定范围（质量分数）由 0.05%~1.20% 修改为 0.02%~0.30%，并增加了“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。

本部分方法一由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分方法二由抚顺铝业有限公司负责起草。

本部分方法一主要起草人：张炜华、张树朝、郑文良、石磊。

本部分方法二主要起草人：原建昌、杨宇宏、计春雷、杨丽梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14849.3—1993。

12.6 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(4 g/L):称取 4.0 g 1,10-二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$),置于 1 000 mL 容量瓶中,加乙醇溶解后,用乙醇稀释至刻度,混匀。

12.7 乙酰丙酮(1+40)。

12.8 缓冲溶液:称取 21.00 g 硼砂($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)、4.00 g 氢氧化钠(优级纯),用水溶解后稀释至 1 000 mL。此溶液 pH 为 10.5。贮存于聚乙烯瓶中。

12.9 偶氮氯膦 I ($C_{16}H_{18}O_{14}N_2S_2PCl$)溶液(1.0 g/L)。

12.10 EGTA-Pb 溶液(0.02 mol/L):称取 1.90 g 乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA),置于烧杯中,加约 100 mL 水,加热,滴加氢氧化钠(1 mol/L)助溶,并调至中性。另取 1.53 g 氯化铅,加约 100 mL 水,加热溶解后,趁热将两溶液混合,调至中性,冷却后用水稀释至 250 mL,混匀。

12.11 钙标准贮存溶液:称取 2.497 0 g 预先于 105℃ 烘干并置干燥器中冷却至室温的基准碳酸钙于烧杯中,加约 200 mL 水,然后滴加盐酸(12.4)至完全溶解并过量 20 mL,加热煮沸驱除二氧化碳,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 1 mg 钙。

12.12 钙标准溶液:移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液(12.11)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钙。

13 仪器

13.1 分光光度计。

13.2 酸度计。

14 试样

全部通过 0.175 mm 的标准筛,并用磁铁吸去铁粉。

15 分析步骤

15.1 试料

称取 1 g 试样(14),精确至 0.000 1 g。

15.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

15.3 空白试验

随同试料(15.1)做空白试验。

15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)置于 100 mL 铂皿中,加入 0.5 mL 硫酸(12.3)、20 mL~25 mL 氢氟酸(12.1)、分次滴加硝酸(12.2)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。

15.4.2 将铂皿置于 450℃ \pm 25℃ 的高温炉中,冒尽硫酸烟,取出,冷却。

15.4.3 于铂皿中加入 5.0 mL 盐酸(12.4),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。

15.4.4 分取试液(15.4.3)10 mL 于 50 mL 容量瓶中。加入 6.0 mL 三乙醇胺(12.5)、4.0 mL 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(12.6)、3.0 mL 乙酰丙酮(12.7)、10.0 mL 缓冲溶液(12.8)、5.0 mL 偶氮氯膦 I 溶液(12.9)。每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度,混匀。放置 5 min。

15.4.5 将溶液(15.4.4)移入 2 cm 吸收池中,在剩余的溶液中加入 3 滴~5 滴 EGTA-Pb 溶液(12.10),摇匀至褪色完全,以此褪色后的溶液作参比,在分光光度计波长 580 nm 处测量其吸光度。

15.4.6 减去空白试验溶液(15.3)的吸光度,从工作曲线上查出相应的钙的质量。

15.5 工作曲线的绘制

15.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 钙标准溶液

工业硅化学分析方法

第 3 部分:钙含量的测定

方法一 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法规定了工业硅中钙含量的测定方法。

本方法适用于工业硅中钙含量的测定。测定范围(质量分数):0.020%~0.30%。

2 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸分解,高氯酸冒烟除去硅、氟等,残渣用盐酸溶解。以镧盐抑制铝的干扰,于火焰原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰测量钙的吸光度。

3 试剂

3.1 高氯酸(ρ 1.67 g/L)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/L)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 镧盐溶液(10 g/L):称取 5.00 g 氧化镧置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.4),微热溶解,冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.6 钙标准贮存溶液(500 μ g/mL):称取 0.624 3 g 预先于 105℃ 烘干并置于干燥器中冷却至室温的基准碳酸钙于 300 mL 烧杯中,加约 20 mL 水,然后滴加盐酸(3.4)至完全溶解,并过量 10 mL,加热煮沸驱除二氧化碳,冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μ g 钙。

3.7 钙标准溶液(50 μ g/mL):移取 25.00 mL 钙标准贮存溶液(3.6)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试料溶液基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.042 μ g/mL。

——精密性:用最高浓度的标准溶液测量吸光度 10 次,其标准偏差不应超过吸光度平均值的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量吸光度 10 次,其标准偏差不应超过最高标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高短的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应小于 0.7。

5 试样

试样应通过 0.149 mm 的标准筛,并用磁铁吸去铁粉。