

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(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 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金属铝置于聚乙烯杯中,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 μ g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 μ g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:

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

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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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
GB/T 14849.2—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

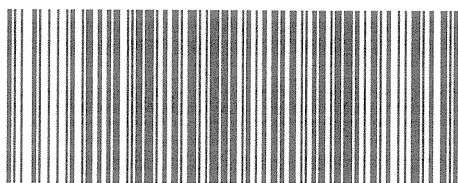
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008 年 2 月第一版 2008 年 2 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-30581

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 14849.2-2007