



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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。

——精密度: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。