



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.1—2020  
代替 GB/T 14849.1—2007

---

## 工业硅化学分析方法 第 1 部分：铁含量的测定

Methods for chemical analysis of silicon metal—  
Part 1: Determination of iron content

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局  
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》分为以下 11 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定；
- 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：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：杂质元素含量的测定 X 射线荧光光谱法；
- 第 6 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 7 部分：磷含量测定 磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：铜含量测定 原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：钛含量测定 二安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第 10 部分：汞含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：铬含量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法。

本部分为 GB/T 14849 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 14849.1—2007《工业硅化学分析方法 第 1 部分：铁含量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法》。本部分与 GB/T 14849.1—2007 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了警示；
- 修改了测定范围，测定范围由 0.10%~0.65% 修改为 0.050%~0.75%（见第 1 章，2007 年版的第 1 章）；
- 增加了规范性引用文件（见第 2 章）；
- 修改了方法提要（见 3.1，2007 年版的第 2 章）；
- 增加了对分析试剂和用水的要求（见 3.2 和 4.2）；
- 增加了称样量表（见 3.5.1）；
- 增加了铁的质量分数 >0.65%~0.75% 时试液的制备（见 3.5.4.2）；
- 修改了精密度（见 3.7，2007 年版的第 8 章）；
- 增加了火焰原子吸收光谱法（见第 4 章）。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：昆明冶金研究院、广东省工业分析检测中心、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、包头铝业有限公司、北矿检测技术有限公司、山东南山铝业股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、中铝洛阳铜加工有限公司、中铝山西新材料有限公司、云南永昌硅业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘英波、安中庆、杨毅、谢辉、石磊、赵德平、张晓平、马丽、曲禹颖、张力久、杨欣、易嘉、李绍文、胡宗喜、刘维理、李超、张莹莹、李甜、崔军峰、卢国洪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14849.1—1993、GB/T 14849.1—2007。

# 工业硅化学分析方法

## 第 1 部分:铁含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中铁含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中铁含量的测定。测定范围为:0.050%~0.75%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 1,10-二氮杂菲分光光度法

#### 3.1 方法提要

试样用氢氟酸、硝酸溶解,加高氯酸蒸发至冒烟除去硅、氟等;残渣用盐酸溶解。用盐酸羟胺将 Fe(Ⅲ)还原至 Fe(Ⅱ)。在 pH 3~pH 5 乙酸钠缓冲介质中,Fe(Ⅱ)离子与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物。于波长 510 nm 处测量溶液的吸光度,计算铁的质量分数。

#### 3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 氢氟酸( $\rho=1.14$  g/mL)。

3.2.2 高氯酸( $\rho=1.67$  g/mL)。

3.2.3 硝酸(1+1)。

3.2.4 盐酸(1+1)。

3.2.5 盐酸羟胺溶液(10 g/L):称取 2.0 g 盐酸羟胺,置于 100 mL 烧杯中,加少量水搅拌溶解完全,用水稀释至 200 mL,混匀。

3.2.6 1,10-二氮杂菲溶液(5 g/L):称取 2.5 g 1,10-二氮杂菲,置于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 盐酸(3.2.4)、20 mL 水,搅拌溶解完全,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 272 g 三水合乙酸钠,置于 1 L 烧杯中,加入 500 mL 水,搅拌溶解完全,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,加入 240 mL 冰乙酸( $\rho=1.05$  g/mL),用水稀释至刻度,混匀。

3.2.8 混合显色溶液:将盐酸羟胺溶液(3.2.5)、1,10-二氮杂菲溶液(3.2.6)和乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.2.7)按(1+1+2)的体积混匀。一周内使用。

3.2.9 铁标准贮存溶液:称取 0.286 0 g 预先在 600 °C 灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的三氧化二铁(基准试剂, $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \geq 99.995\%$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2.4),低温加热溶解,冷至室温,移入

1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  铁。

3.2.10 铁标准溶液:移取 25.00 mL 铁标准贮存溶液(3.2.9)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu\text{g}$  铁。

### 3.3 仪器设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 聚四氟乙烯烧杯,250 mL。

3.3.3 铂皿,100 mL。

3.3.4 比色皿,1 cm。

### 3.4 试样

应通过 0.149 mm 的标准筛,用磁铁除铁。

### 3.5 试验步骤

#### 3.5.1 试料

按表 1 中规定的称样量称取试样(3.4),精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量

铁的质量分数 %	称样量 g
0.050~0.15	0.20
>0.15~0.75	0.25

#### 3.5.2 测定次数

平行做两份试验。

#### 3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 3.5.4 测定

3.5.4.1 将试料(3.5.1)置于聚四氟乙烯烧杯(3.3.2)或铂皿(3.3.3)中,用少许水润湿,分次加入 5 mL 氢氟酸(3.2.1),室温下分解 3 min,滴加 10 mL 硝酸(3.2.3),盖上盖子,低温加热溶解样品,直至样品完全溶解,冲洗杯盖及杯壁,加入 5 mL 高氯酸(3.2.2),继续加热至冒烟,蒸至近干,用水冲洗杯壁,加入 2.5 mL 盐酸(3.2.4),加热使盐类溶解,冷却至室温。

3.5.4.2 根据试料中铁的质量分数分别按下述方法处理:

——铁的质量分数在 0.050%~0.15%时,将试液(3.5.4.1)移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加入 5 mL 混合显色溶液(3.2.8),用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。此溶液稀释倍数( $R_1$ )为 1。

——铁的质量分数在 >0.15%~0.75%时,将试液(3.5.4.1)移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取 20.00 mL 试液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸(3.2.4),用水稀释至约 50 mL,加入 5 mL 混合显色溶液(3.2.8),用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。此溶液稀

释倍数( $R_1$ )为 5。

3.5.4.3 将部分显色溶液(3.5.4.2)移入比色皿中(3.3.4),以试料的空白溶液(3.5.3)为参比,于波长 510 nm 处测量溶液的吸光度,从工作曲线上查出铁的质量( $m_1$ )。

### 3.5.5 工作曲线的绘制

3.5.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(3.2.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.5 ml 盐酸(3.2.4),用水稀释至约 50 mL,加入 5 mL 混合显色溶液(3.2.8),用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

3.5.5.2 将部分显色溶液(3.5.5.1)移入比色皿中(3.3.4),以试剂空白溶液为参比,于波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 3.6 试验数据处理

按式(1)计算铁的质量分数  $w_{Fe}$  :

$$w_{Fe} = \frac{m_1 \cdot R_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得试料溶液的铁质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$R_1$ ——稀释倍数;

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

试验结果保留两位有效数字,数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

### 3.7 精密度

#### 3.7.1 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,在表 2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{Fe}/\%$	0.053	0.20	0.48	0.77
$r/\%$	0.004	0.02	0.03	0.05

#### 3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%。再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{Fe}/\%$	0.053	0.20	0.48	0.77
$R/\%$	0.006	0.03	0.05	0.06

## 4 火焰原子吸收光谱法

### 4.1 方法提要

试样用氢氟酸、硝酸溶解,加高氯酸蒸发至冒烟除去硅、氟等,在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰测量铁的吸光度,计算铁的质量分数。

### 4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 氢氟酸( $\rho=1.14$  g/mL)。

4.2.2 高氯酸( $\rho=1.67$  g/mL)。

4.2.3 硝酸(1+1)。

4.2.4 盐酸(1+1)。

4.2.5 铁标准贮存溶液:按 3.2.9 进行配制。此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  铁。

4.2.6 铁标准溶液:5.00 mL 铁标准溶液(4.2.5),置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(4.2.4),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 50  $\mu\text{g}$  铁。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用:

- 特征浓度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.079  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;
- 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为五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

4.3.2 聚四氟乙烯烧杯,250 mL。

4.3.3 铂皿,100 mL。

### 4.4 试样

应通过 0.149 mm 的标准筛,用磁铁除铁。



### 4.5 试验步骤

#### 4.5.1 试料

称取 0.25 g 试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

#### 4.5.2 测定次数

平行做两份试验。

#### 4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯(4.3.2)或铂皿(4.3.3)中,用少许水润湿,分次加入 5 mL 氢氟酸(4.2.1),室温下分解 3 min,滴加 10 mL 硝酸(4.2.3),盖上杯盖,低温加热溶解样品,直至样品完全溶解,冲洗杯盖及杯壁,加入 5 mL 高氯酸(4.2.2),继续加热至冒烟,蒸至近干,取下,加约 10 mL 水,加热使盐类溶解,冷至室温。

4.5.4.2 根据试料中铁的质量分数分别按下述方法处理:

——铁的质量分数在 0.050%~0.15%时,将试液(4.5.4.1)移入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(4.2.4),用水稀释至刻度,混匀。试液体积( $V$ )为 100 mL。

——铁的质量分数在 >0.15%~0.25%时,将试液(4.5.4.1)移入 200 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.2.4),用水稀释至刻度,混匀。试液体积( $V$ )为 200 mL。

——铁的质量分数在 >0.25%~0.75%时,将试液(4.5.4.1)移入 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(4.2.4),用水稀释至刻度,混匀。试液体积( $V$ )为 500 mL。

4.5.4.3 将试液(4.5.4.2)于波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以试料空白溶液调零,测量铁的吸光度,从工作曲线上查出铁的质量浓度( $\rho$ )。

#### 4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(4.2.6),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(4.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.5.5.2 将系列标准溶液(4.5.5.1)于波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以空白溶液调零,测量系列标准溶液的吸光度。以铁的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 4.6 试验数据处理

按式(2)计算铁的质量分数  $w_{\text{Fe}}$ :

$$w_{\text{Fe}} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho$  ——从工作曲线上查出试料溶液中铁的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V$  ——试液体积,单位为毫升(mL);

$m_2$  ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果保留两位有效数字,数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

#### 4.7 精密度

##### 4.7.1 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,在表 4 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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 重复性限

$w_{\text{Fe}}/\%$	0.053	0.20	0.48	0.77
$r/\%$	0.005	0.02	0.03	0.04

## 4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过5%。再现性限( $R$ )按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 再现性限

$w_{Fe}/\%$	0.053	0.20	0.48	0.77
$R/\%$	0.008	0.02	0.05	0.08

## 5 质量保证与控制

每次分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

## 6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容:

- a) 试样;
- b) 本部分的标准编号及采用的分析方法名称;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 与基本分析步骤的差异;
- e) 测定过程中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。