

UDC 546.28.06
H 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.1—93

工业硅化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量

Silicon metal—Determination of iron content
—1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

1993-12-24 发布

1994-09-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

工业硅化学分析方法

GB/T 14849.1—93

1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量

Silicon metal—Determination of iron content
—1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业硅中铁含量的测定方法。

本标准适用于工业硅中铁含量的测定。测定范围:0.10%~1.20%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 编写的基本要求

本标准按照 GB 1.4、GB 1467 和 GB 7729 的规定编写。

4 方法原理

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。用盐酸羟胺将 Fe(Ⅲ)还原至 Fe(Ⅰ)。在 pH3~5 的微酸性介质中,铁与 1,10-二氮杂菲生成红色配合物。于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

5 试剂

5.1 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

5.2 硝酸(1+1)。

5.3 硫酸(1+1)。

5.4 盐酸(1+1)。

5.5 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

5.6 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 1.25 g 1,10-二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)置于烧杯中,加入 2 mL 盐酸(5.4),加入约 300 mL 水,溶解后用水稀释至 500 mL,混匀。

5.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 272 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)置于烧杯中,加入 500 mL 水,溶解后过滤于 1 000 mL 容量瓶中,加入 240 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL),用水稀释至刻度,混匀。

5.8 混合显色溶液:移取 1 单位体积盐酸羟胺溶液(5.5),1 单位体积 1,10-二氮杂菲溶液(5.6),2 单位体积乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.7),混匀。一周内使用。

5.9 铁标准贮存溶液:称取 0.286 0 g 预先在 600℃灼烧 1 h 并于干燥器中冷却至室温的三氧化二铁置