

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0550.1—1996

上海市技术监督情报研究所
登记号 QT 973618

出口金属硅中铁、铝、钙的测定 分光光度法

Determination of iron, aluminium and calcium for
export silicon metal—Photometric method

1996-07-10 发布

1996-12-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

前 言

本标准是根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则》对标准的起草与表述规则要求,并参考 SN/T 0001—1995规定了出口金属硅中铁、铝、钙的测定方法。

本标准使用的试剂为常用试剂及常规试验室仪器,所用试剂少,无毒,安全。

分析时只需溶解一份试样,即可分别测定铁、铝、钙三元素。

干扰元素加入掩蔽剂后即可直接测定,无需分离。

本标准具有简便,快速,准确,精密度高的特点,易于推广使用,精密度用重现性和再现性表示

本标准由中华人民共和国进出口商品检验提出。

本标准由中华人民共和国甘肃进出口商品检验局起草。

本标准起草人李秀英。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口金属硅中铁、铝、钙的测定 分光光度法

SN/T 0550.1—1996

Determination of iron, aluminium and calcium for
export silicon metal—Photometric method

1 范围

本标准规定了用磺基水杨酸分光光度法测定金属硅中铁量,铬天青 S 分光光度法测定金属硅中铝量,偶氮胂 I 分光光度法测定金属硅中钙量。

本标准适用于金属硅中铁、铝、钙含量的测定方法。

适用范围:磺基水杨酸分光光度法测定铁量:0.01%~2.0%;铬天青 S 分光光度法测定铝量:0.01%~1.20%;偶氮胂 I 分光光度法测定钙量:0.01%~1.2%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB 2881—91 工业硅技术条件

3 取样和制样

按照 GB 2881—91 4.4 规定进行取样和制样。

4 试剂和材料

4.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 盐酸(1+3)。

4.5 盐酸(1+20)。

4.6 盐酸(1+60)。

4.7 氨水(1+1)。

4.8 氨水(1+9)。

4.9 磺基水杨酸溶液 10%(m/m)。

4.10 2,4-二硝基酚溶液 0.2%(m/m)。

4.11 抗坏血酸溶液 1%(m/m),用时现配。

4.12 铬天青 S(进口分装)溶液 0.05%(m/m):称取 0.50 g 铬天青 S 置于烧杯中,加水溶解后,加乙醇 500 mL,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.13 六次甲基四胺溶液 20%(m/m)。

4.14 三乙醇胺(1+1)。

4.15 氢氧化钠溶液 4%(m/m)贮于塑料瓶中。

4.16 偶氮胂 I 溶液 0.1%(m/m)。

4.17 铁标准溶液

4.17.1 称取 0.100 0 g 高纯铁粉置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1),加数滴过氧化氢(30%),加热溶解后,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 0.1 mg 铁。

4.17.2 移取 40.00 mL 铁标准溶液(4.17.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.04 mg 铁。

4.18 铝标准溶液

4.18.1 称取 0.100 0 g 纯铝置于 200 mL 杯中,加入 10 mL 氢氧化钠(10%),使铝溶解,然后用盐酸(1+1)中和至沉淀析出,再滴加盐酸至沉淀溶解,并过量 20 mL,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铝。

4.18.2 移取 25.00 mL 铝标准溶液(4.18.1)置于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.005 mg 铝。

4.19 钙标准溶液

4.19.1 称取经 105~110℃烘至恒重的无水碳酸钙(基准)0.249 7 g,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 水,10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),加热溶解,煮沸 2 min,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 0.1 mg 钙。

4.19.2 移取 20.00 mL 钙标准溶液(4.19.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.02 mg 钙。

4.20 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

5 仪器与设备

5.1 分光光度计。

5.2 分析天平 感量 0.1 mg。

6 测定

6.1 磺基水杨酸分光光度法测定金属硅中铁量。

6.1.1 方法提要

试料用氢氟酸、硝酸溶解,硫酸冒烟驱除氟,残渣用盐酸溶解,在 pH8~11.5 的氨性溶液中,铁(Ⅲ)与磺基水杨酸反应生成黄色的磺基水杨酸铁络盐,用吸收光度法测定其含量。

6.1.2 分析步骤

6.1.2.1 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.1.2.2 称取试料(3)0.1~0.5 g(精确至±0.000 2 g)置于铂皿中,加入 5 mL 氢氟酸(4.1),缓慢滴加 3~5 mL 硝酸(4.2),置于恒温电炉上加热至试样溶解。加入 2 mL 硫酸(4.3),蒸发至驱尽硫酸烟,取下稍冷,沿皿壁加入 10 mL 盐酸(4.4),加热溶解盐类,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液可用于测定铁、铝、钙。

6.1.2.3 移取 10.00 mL 试液(6.1.2.2)置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 磺基水杨酸(4.9),用氨水(4.7)中和至出现黄色,并过量 2 mL,用水稀释至刻度,混匀。

6.1.2.4 将部分显色液(6.1.2.3)移入 1 cm 比色皿中,以随同试料所做的空白试验溶液为参比,于分

光光度计 425 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.1.3 空白试验

空白试验除不加试料外,须与测定采用完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

6.1.4 工作曲线的绘制

移取 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00 和 10.00 mL 铁标准溶液(4.17.2), 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 以下按分析步骤(4.1.2.3~4.1.2.4)进行测定。以铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6.1.5 计算

按式(1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铁量, g;

V_1 ——分取试液体积, mL;

V ——试液总体积, mL;

m ——试料量, g。

6.1.6 精密度

重现性	再现性
$r=0.008\ 6+0.034\ m$	$R=0.033\ 1+0.037\ 5\ m$

6.2 铬天青 S 分光光度法测定铝量

6.2.1 方法提要

在 pH5.8±0.4 的盐酸溶液中, 以六次甲基四胺为缓冲液, 铝与铬天青 S 形成紫红色络合物, 于分光光度计 550 nm 处测其吸光度。

铁(Ⅲ)、钼(VI)、铬(VI)、铜(Ⅱ)等元素有干扰, 由于金属硅中除铁而外, 其他的干扰元素甚微, 可不予考虑, 铁的干扰可用抗坏血酸还原掩蔽。

6.2.2 分析步骤

6.2.2.1 测定次数

称取两份试料进行平行测定, 取其平均值。

6.2.2.2 移取 2.00 mL 试液(6.1.2.2)置于 50 mL 容量瓶中, 加水稀释体积约 10 mL, 加 2 滴 2,4-二硝基酚(4.10), 用氨水(4.8)中和至黄色出现, 再用盐酸(4.5)中和至黄色刚好消失, 立即补加 5 mL 盐酸(4.6), 2 mL 抗坏血酸(4.11), 5 mL 铬天青 S(4.12), 5 mL 六次甲基四胺(4.13), 用水稀释至刻度, 混匀。于室温放置 15 min。

6.2.2.3 将部分显色液(6.2.2.2)移入 1 cm 比色皿中, 以随同试料所做的空白试验显色液为参比, 于分光光度计 550 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

6.2.3 空白试验

空白试验除不加试料外, 须与测定采用完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

6.2.4 工作曲线的绘制

移取 0.00, 1.00, 3.00, 4.00 和 5.00 mL 铝标准溶液(4.18.2), 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至约 10 mL, 以下按分析步骤(6.2.2.2~6.2.2.3)进行。测量其吸光度。以铝量为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6.2.5 计算

按式(2)计算铝的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铝量, g;
 V ——试液总体积, mL;
 V_1 ——分取试液体积, mL;
 m ——试料量, g。

6.2.6 精密度

重现性	再现性
$r=0.012+0.018\ m$	$R=0.007\ 14+0.058\ 3\ m$

6.3 偶氮胂 I 分光光度法测定钙量

6.3.1 方法提要

在弱碱性溶液中偶氮胂 I 与钙生成红色络合物, 于分光光度计 570 nm 处测其吸光度。

铁(Ⅲ)、铝(Ⅲ)对测定有干扰, 采用三乙醇胺掩蔽铁、铝的干扰, 于 pH13 时显色, 不仅可使颜色稳定, 且可消除少量镁的干扰。

6.3.2 分析步骤

6.3.2.1 测定次数

称取两份试料进行平行测定, 取其平均值。

6.3.2.2 移取 10.00 mL 试液(6.1.2.2)置于 50 mL 容量瓶中, 加入 3 mL 三乙醇胺(4.14)用水稀释至约 25 mL, 加入 5 mL 氢氧化钠(4.15), 5 mL 偶氮胂 I (4.16), 用水稀释至刻度, 混匀。于室温放置 15 min。

6.3.2.3 将部分显色液(6.3.2.2)移入 1 cm 比色皿中, 以随同试料所做的空白试验显色液为参比, 于分光光度计 570 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钙量。

6.3.3 空白试验

空白试验除不加试料外, 须与测定采用完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

6.3.4 工作曲线的绘制

移取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 和 5.00 mL 钙标准溶液(4.19.2), 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 以下按(6.3.2.2~6.3.2.3)进行。测量其吸光度。以钙量为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6.3.5 计算

按式(3)计算钙的百分含量:

$$\text{Ca}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的钙量, g;
 V ——试液总体积, mL;
 V_1 ——分取试液体积, mL;
 m ——试料量, g。

6.3.6 精密度

重现性	再现性
$r = -0.013 + 0.227\ m$	$R = 0.012\ 7 + 0.114\ m$



SN/T0550.1-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年11月第一版 1996年11月第一次印刷 书号:155066·2-11198