

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0550.2—1996

上海市技术监督情报研究所
登记号 QT973619

### 出口金属硅中铁、铝、钙的测定 容 量 法

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

本标准根据《中华人民共和国标准化法》规定了出口金属硅中铁、铝、钙含量的测定方法。本标准采用一次溶样测定三种元素,用三乙醇胺和硫化钠作掩蔽剂,钙黄绿素作指示剂,经长期使用,其特点简便、经济、快速、准确。本标准立项时,仅有 YB 95—76 标准,GB/T 14849.1~14849.3—93 尚未发布。

本标准由中华人民共和国进出口商品检验局提出。

本标准由河南进出口商品检验局起草。

本标准起草人:郑汝喜、袁萍、王恩林。

# 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 容量法

SN/T 0550.2—1996

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

### 1 范围

本标准规定了用 EDTA 容量法测定铁、铝、钙含量的方法。

本标准适用于出口金属硅中铁、铝、钙含量的测定。测定范围 0.1%~1.5%。

### 2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时,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 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

### 3 取样和制样

按照 GB 2881—91 《工业硅技术条件》4.4 规定进行取样和制样。

### 4 测定

#### 4.1 铁含量的测定

##### 4.1.1 方法提要

试样以氢氟酸、硝酸溶解,硫酸冒烟除氟后,残渣以盐酸溶解,在 pH=1.2 左右,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液进行铁的测定。

##### 4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氢氟酸(40%)

4.1.2.2 硝酸(1+1)V/V。

4.1.2.3 硫酸(1+1)V/V。

4.1.2.4 盐酸(1+1)V/V。

4.1.2.5 盐酸(1+3)V/V。

4.1.2.6 氨水(1+1)V/V。

4.1.2.7 磺基水杨酸(10%)m/V。

4.1.2.8 氟化钠(固体)。

4.1.2.9 氢氧化钾(20%)m/V 贮于塑料瓶中。

4.1.2.10 三乙醇胺(1+4)V/V。

4.1.2.11 硫化钠(5%)m/V。

- 4.1.2.12 苦杏仁酸(10%) $m/V$  用热水溶解,氨水(4.1.2.6)调节  $pH=4.5$ ,以精密  $pH$  试纸试验。
- 4.1.2.13 对硝基酚饱和溶液。
- 4.1.2.14 乙酸钠(IN)。
- 4.1.2.15 孔雀绿(0.1%) $m/V$ 。
- 4.1.2.16 1-(2-吡啶偶氮)-2 萘酚(PAN)(0.3%) $m/V$  乙醇溶液。
- 4.1.2.17 精密  $pH$  试纸  $pH0.5\sim5.0$ 。
- 4.1.2.18 钙黄绿素混合指示剂:称取研细的钙黄绿素 1 g,百里酚酞 0.75 g,氯化钾 100 g 混合研细备用。
- 4.1.2.19 碳酸钙标准溶液

称取基准碳酸钙 0.100 0 g 加少量水湿润,滴加盐酸(4.1.2.5)溶解后小心煮沸,除去二氧化碳,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 1 mg 碳酸钙。

- 4.1.2.20 0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液

a. 配制

称取 3 g 乙二胺四乙酸二钠,加水约 400 mL 溶解,用  $pH$  试纸(4.1.2.17)试验,用氢氧化钾(4.1.2.9)调至  $pH=4.5\sim5.0$ ,用水稀释至 1 升,摇匀。

b. 标定

准确移取碳酸钙标准溶液(4.1.2.19)10 mL 于 250 mL 高型烧杯中,稀释至约 100 mL,加三乙醇胺(4.1.2.10)5 mL,孔雀绿指示剂(4.1.2.15)1 滴,用氢氧化钾(4.1.2.9)中和溶液至无色,加入 1 mL 硫化钠(4.1.2.11)和约 0.05 g~0.1 g 钙黄绿素混合指示剂(4.1.2.18),将烧杯置黑色垫板上,立即用乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.1.2.20)滴定至溶液中绿色荧光消失为终点。

c. 计算

乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度按式(1)计算:

$$M = \frac{m}{100.09 \times V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m$  —— 基准碳酸钙的重量, g;

$V$  —— 标定时消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

100.09 —— 碳酸钙的分子量。

- 4.1.2.21 铝标准溶液的配制

称取纯铝(99.99%)1.000 0 g 于 400 mL 锥形瓶中,加盐酸(4.1.2.4)50 mL,硝酸(4.1.2.2)10 mL 低温加热溶解后,冷却至室温移入 1 升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

- 4.1.2.22 0.01 mol/L 硫酸铜标准溶液

a. 配制

准确称取硫酸铜( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )2.497 0 g 于烧杯中,用少量水溶解,移入 1 升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

b. 硫酸铜标准溶液对铝的滴定度的标定

准确吸取铝标准溶液(4.1.2.21)5 mL 于 400 mL 烧杯中,加乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.1.2.20)30 mL,对硝基酚(4.1.2.13)2~3 滴,用氨水(4.1.2.6)调至黄色,再用盐酸(4.1.2.5)调至无色,并准确过量 2 mL,加乙酸钠(4.1.2.14)10 mL,用水稀释至溶液体积大约至 130 mL,加热煮沸 3 min,冷却至  $70\sim80^\circ C$ ,加入 PAN(4.1.2.16)指示剂 5~6 滴,用硫酸铜标准溶液(4.1.2.22)滴定至溶液呈紫红色(此时不记读数),加氟化钠(4.1.2.8)1 g 左右,继续煮沸 2 min,冷却至  $70\sim80^\circ C$ ,再以硫酸铜标准溶液(4.1.2.22)滴至溶液呈紫红色为终点,记下消耗硫酸铜标准溶液的毫升数。

c. 计算

硫酸铜标准溶液对铝的滴定度按式(2)计算:



$$T_{Al} = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $m$  ——吸取铝标准溶液的含铝重量, g;

$V$  ——滴定消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL。

4.1.2.23 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。

#### 4.1.3 设备

4.1.3.1 电热板。

4.1.3.2 分析天平 感量 0.1 mg。

#### 4.1.4 分析步骤

##### 4.1.4.1 测定次数

称取两份试料进行平行测定取其平均值。

##### 4.1.4.2 试料

称取 1 g 试料(精确至  $\pm 0.0002$  g)。

##### 4.1.4.3 测定

a. 溶样 将试料(4.1.4.2)置于 100 mL 铂皿中,用水湿润,加硫酸(4.1.2.3)1 mL,氢氟酸(4.1.2.1)15~20 mL,慢慢滴加硝酸(4.1.2.2)至试料全部溶解。将铂皿放置在电热板上慢慢蒸发至干,再于 400℃左右的温度将硫酸白烟冒尽,取下冷却,加盐酸(4.1.2.4)5 mL,水约 30 mL,加热,使可溶性盐类溶解完全<sup>1)</sup>。将溶液移入 250 mL 容量瓶,用水稀至刻度摇匀。

b. 准确移取上述溶液(4.1.4.3)100 mL,于 400 mL 烧杯中,加磺基水杨酸(4.1.2.7)2 mL,用氨水(4.1.2.6)调至溶液颜色由紫红色变为橙黄色(此时溶液 pH 约为 6),准确加入盐酸(4.1.2.5)2 mL,于电炉上加热至 60~70℃,以乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.1.2.20)滴定至无色或淡黄色为终点。

##### 4.1.5 计算

铁的含量按式(3)计算:

$$Fe(\%) = \frac{MV \times 0.05585}{m \times \frac{100}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $M$  ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

$V$  ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

$m$  ——试料重量, g;

0.05585 ——铁的毫克分子量。

#### 4.2 铝含量的测定

##### 4.2.1 方法提要

在滴铁后的溶液中,以苦杏仁酸掩蔽钛、锰,加过量的乙二胺四乙酸二钠与铝完全络合,在 pH=4.5 时,用硫酸铜滴定过量的乙二胺四乙酸二钠,然后以氟化钠释放铝,再以硫酸铜回滴乙二胺四乙酸二钠进行铝的测定。

##### 4.2.2 试剂与材料

同 4.1.2。

##### 4.2.3 分析步骤

在滴铁后的溶液中(pH=4.3~4.5),加苦杏仁酸(4.1.2.12)10 mL,乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.1.2.20)15 mL(铝含量高时,可加至 20 mL),乙酸钠(4.1.2.14)10 mL,加热煮沸 3 min,冷却至 70~80℃,加入 PAN 指示剂(4.1.2.16)5~6 滴,以硫酸铜标准溶液(4.1.2.22)滴定至溶液紫红色出现

1) 溶样时如有硅酸盐不溶物,可将沉淀用快速滤纸过滤,用水洗涤沉淀 10~12 次,将沉淀放入已知恒重的瓷坩埚中,在 600℃灼烧至恒重,计算硅含量时减去其不溶物部分。

(接近终点时,滴定速度略快,终点到达后返色不计)不计读数,加氟化钠(4.1.2.8)约1g,用水冲洗杯壁后煮沸2min,冷却至70~80℃,再以硫酸铜标准溶液(4.1.2.22)滴定至紫红色即为终点,记下消耗硫酸铜标准溶液的毫升数。

#### 4.2.4 计算

铝的含量按式(4)计算:

$$\text{Al}(\%) = \frac{T_{\text{Al}}V}{m \times \frac{100}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $T_{\text{Al}}$  —— 硫酸铜标准溶液对铝的滴定度, g/mL;

$V$  —— 滴定消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

$m$  —— 试料重量, g;

#### 4.3 钙含量的测定

##### 4.3.1 方法提要

以三乙醇胺和硫化钠用掩蔽剂,以钙黄绿素作指示剂, pH>12 的情况下,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液进行滴定,测定钙的含量。

##### 4.3.2 试剂与材料

同 4.1.2。

##### 4.3.3 分析步骤

准确移取样品液(4.1.4.3)100 mL 于 250 mL 高型烧杯中,加三乙醇胺(4.1.2.10)5 mL,孔雀绿指示剂(4.1.2.15)1 滴,用氢氧化钾溶液(4.1.2.9)调至无色,再加硫化钠(4.1.2.11)1 mL 和钙黄绿素混合指示剂(4.1.2.18)约 0.1 g,将烧杯置于黑色垫板上,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.1.2.20)滴定至绿色萤光消失为终点。

##### 4.3.4 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。

##### 4.3.5 计算

钙含量按式(5)计算:

$$\text{Ca}(\%) = \frac{M(V - V_0) \times 0.04008}{m \times \frac{100}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $m$  —— 试料的重量, g;

$M$  —— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

$V$  —— 滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

$V_0$  —— 空白消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

0.04008 —— 钙的毫克分子量。

## 5 精密度

精密度	Fe	Al	Ca
$r$	0.02	0.02	0.02
$R$	0.03	0.03	0.03



SN/T0550.2-1996

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:155066·2-11199