



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.1—2007  
代替 GB/T 14849.1—1993

---

## 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

Methods for chemical analysis of silicon metal—  
Part 1: Determination of iron content—  
1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

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 GB/T 14849 的第1部分。

本部分代替 GB/T 14849.1—1993《工业硅化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》。与 GB/T 14849.1—1993 相比，主要变化如下：

——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。

本部分主要起草人：杨丽梅、杨宇宏、徐铁铃、计春雷。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14849.1—1993。

# 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

#### 1 范围

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(质量分数):0.10%~0.65%。

#### 2 方法提要

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(II)。在 pH3~5 的微酸性介质中,铁与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物。于分光光度计波长 510 nm 测量其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 氢氟酸( $\rho$  1.14 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

3.6 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 1.25 g 1,10-二氮杂菲( $C_{12}H_8O_2 \cdot H_2O$ )置于烧杯中,加入 2 mL 盐酸(3.4),加入约 300 mL 水,溶解后用水稀释至 500 mL,混匀。

3.7 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( $\rho$ 1.05 g/mL),用水稀释至刻度,混匀。

3.8 混合显色溶液:将盐酸羟胺溶液(3.5),1,10-二氮杂菲溶液(3.6)和乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.7)以(1+1+2)的体积混匀。一周内使用。

3.9 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于烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.4),低温加热溶解,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 200  $\mu$ g 铁。

3.10 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.9)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。溶液 1 mL 含 50  $\mu$ g 铁。

#### 4 仪器

分光光度计。

#### 5 试样

试样应全部通过 0.149 mm 的标准筛,并用磁铁吸去铁粉。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

称取 1 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。