



中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.11—2016

工业硅化学分析方法 第 11 部分：铬含量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 11: Determination of chromium content—
1,5-Diphenylcarbohydrazide spectrophotometric method

2016-08-29 发布

2017-07-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业硅化学分析方法
第 11 部分：铬含量的测定
二苯碳酰二肼分光光度法
GB/T 14849.11—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2016 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-54358

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 14849《工业硅化学分析方法》分为 11 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：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：磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：铜含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：钛含量的测定 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 11 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本部分负责起草单位：通标标准技术服务有限公司、昆明冶金研究院。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、北京有色金属研究总院、通标标准技术服务有限公司广州分公司。

本部分主要起草人：杨琛、程堆强、胡智毅、刘英波、罗舜、李敏、彭赛辉、石磊、佟玲、祁玉静、莫丽琼、胡璇、王立。

工业硅化学分析方法

第 11 部分: 铬含量的测定

二苯碳酰二肼分光光度法

1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中铬含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中铬的测定,测定范围:0.001 0%~0.050 0%。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸分解,硫酸冒烟驱除硅、氟等元素,残渣用硫酸溶解。在硫酸溶液中,用高锰酸钾将铬氧化至六价,利用碳酸钠沉淀分离铁等干扰元素,六价铬与二苯碳酰二肼反应生成紫红色化合物,在波长 540 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水均为符合 GB/T 6682 规定的蒸馏水。

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

4.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.4 硫酸(1+4)。

4.5 硫酸(1+6)。

4.6 高锰酸钾溶液(10 g/L):称取 1.0 g 高锰酸钾溶于约 50 mL 水中,用水稀至 100 mL,用时现配。

4.7 碳酸钠溶液(200 g/L):称取 80 g 无水碳酸钠于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水溶解,用水稀释至 400 mL,保存在聚乙烯试剂瓶内。

4.8 硫酸锰溶液(10 g/L):称取 2 g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,用水稀释至 200 mL。

4.9 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(0.02 mol/L):称取 0.24 g 二苯基碳酰二肼,置于 100 mL 烧杯中,加入 45 mL 无水乙醇、5 mL 乙酸,搅拌使其溶解,保存在棕色瓶中,用时现配。

4.10 酚酞乙醇溶液(1 g/L):称取 0.1 g 酚酞溶于无水乙醇,用无水乙醇稀释至 100 mL。

4.11 铬标准储存溶液:将重铬酸钾基准试剂在 150 °C 烘干并恒重,准确称取 0.141 5 g,置于 150 mL