



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.3—2020  
代替 GB/T 14849.3—2007

---

## 工业硅化学分析方法 第 3 部分：钙含量的测定

Methods for chemical analysis of silicon metal—  
Part 3: Determination of calcium content

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局  
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》分为以下 11 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定；
- 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 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 14849.3—2007《工业硅化学分析方法 第 3 部分：钙含量的测定》。本部分与 GB/T 14849.3—2007 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了警示；
- 测定范围由 0.020%~0.30% 修改为 0.005 0%~0.55% (见第 1 章, 2007 年版的第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件 (见第 2 章)；
- 修改了方法提要 (见 3.1 和 4.1, 2007 年版的第 2 章和第 11 章)；
- 增加了对分析试剂和水的要求 (见 3.2 和 4.2)；
- 修改了精密度 (见 3.7 和 4.7, 2007 年版的第 8 章和第 17 章)；
- 增加了试验报告 (见第 6 章)。

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。

本部分起草单位：中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、昆明冶金研究院、广东省工业分析检测中心、贵州省分析测试研究院、华南理工大学、西安汉唐分析检测有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、中铝山西新材料有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、北矿检测技术有限公司、中铝矿业有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、包头铝业有限公司、山东南山铝业股份有限公司。

本部分主要起草人：石磊、黄葡英、刘英波、崔浩、胡宗喜、张晓平、王正强、戴凤英、韩晓、杨欣、李绍文、张莹莹、王峰辉、杨炳红、顾丽、崔军峰、张晓光、王雪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14849.3—1993、GB/T 14849.3—2007。

# 工业硅化学分析方法

## 第3部分:钙含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中钙含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中钙含量的测定,测定范围为:0.005 0%~0.55%。

### 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 火焰原子吸收光谱法

#### 3.1 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸分解,高氯酸冒烟驱除硅、氟等,残渣用硝酸溶解。以镧盐抑制铝的干扰,于火焰原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰测量钙的吸光度,计算钙的质量分数。

#### 3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 高氯酸( $\rho=1.67$  g/L)。

3.2.2 氢氟酸( $\rho=1.14$  g/L)。

3.2.3 硝酸(1+1)。

3.2.4 盐酸(1+1)。

3.2.5 镧盐溶液(10 g/L):称取 5.00 g 氧化镧( $w_{Ca}<0.001\%$ )置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(3.2.4),微热溶解,冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.2.6 钙标准贮存溶液:称取 0.624 3 g 预先于 105 °C 烘干并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙(基准试剂, $w_{CaCO_3}\geq 99.95\%$ )于 300 mL 烧杯中,加入约 20 mL 水,滴加盐酸(3.2.4)至溶解完全,并过量 10 mL,加热煮沸,冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500  $\mu$ g 钙。

3.2.7 钙标准溶液:移取 25.00 mL 钙标准贮存溶液(3.2.6)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu$ g 钙。

#### 3.3 仪器设备

3.3.1 原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的原子吸收光