



中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.5—2014
代替 GB/T 14849.5—2010

GB/T 14849.5—2014

工业硅化学分析方法 第 5 部分：杂质元素含量的测定 X 射线荧光光谱法

Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 5: Determination of impurity contents—
X-ray fluorescence method

中华人民共和国
国家标准
工业硅化学分析方法
第 5 部分：杂质元素含量的测定
X 射线荧光光谱法
GB/T 14849.5—2014

*
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.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*
书号：155066·1-50045 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68510107



GB/T 14849.5—2014

2014-12-05 发布

2015-05-01 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

附录 A
(资料性附录)

两种 X 射线荧光光谱仪测量条件参数

表 A.1

分析元素	分析谱线	晶体	准直器 (°)	峰位 (°)	背景 (°)	电压 kV	电流 mA	峰位测量时间 s
Fe	K α	LiF 200	0.46	57.534	59.705	60	50	20
Al	K α	PET	0.46	144.710	147.579	27	111	30
Ca	K α	LiF 200	0.46	113.112	115.902	50	60	30
Ti	K α	LiF 200	0.46	86.180	89.291	50	60	16
Ni	K α	LiF 200	0.46	48.673	50.423	60	50	40
Co	K α	LiF 200	0.46	52.780	55.219	60	50	40
Cu	K α	LiF 200	0.46	45.040	46.503	60	50	40
Mn	K α	LiF 200	0.46	62.994	66.177	60	50	16
V	K α	LiF 200	0.46	76.978	75.255	50	60	20
P	K α	Ge	0.46	141.048	143.584	27	111	30
Mg	K α	XS-55	0.46	20.511	22.223	27	111	30
Cr	K α	LiF 200	0.46	69.372	73.575	60	50	30

表 A.2

分析元素	元素谱线	晶体	波长	探测器	滤光片	管电压 kV	管电流 mA	峰位 (°)	分析时间 s
Cu	KA	LiF 200	300 μ m	Scint.	None	60	50	44.993 4	12
Ni	KA	LiF 200	300 μ m	Scint.	None	60	50	48.643 4	12
Co	KA	LiF 200	150 μ m	Scint.	None	60	50	52.781 2	14
Fe	KA	LiF 200	300 μ m	Scint.	None	60	50	57.510 4	12
Mn	KA	LiF 200	300 μ m	Duplex	None	60	50	62.965 6	12
Cr	KA	LiF 200	300 μ m	Duplex	None	50	60	69.348 4	12
V	KA	LiF 200	300 μ m	Duplex	None	50	60	76.94	14
Ti	KA	LiF 200	300 μ m	Flow	None	50	60	86.165 8	12
Ca	KA	LiF 200	300 μ m	Flow	None	30	100	113.120 8	12
P	KA	Ge 111	300 μ m	Flow	None	30	100	141.019 8	14
Al	KA	PE 002	300 μ m	Flow	None	30	100	144.973 8	12
Mg	KA	PX1	700 μ m	Flow	None	30	100	22.507 6	12

前 言

GB/T 14849《工业硅化学分析方法》分为 9 个部分：

- 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 火焰原子吸收光谱法、偶氮氯膦 I 分光光度法；
- 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；
- 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 钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：铜含量的测定 PADAP 分光光度法；
- 第 9 部分：钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法。

本部分为 GB/T 14849 的第 5 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 14849.5—2010《工业硅化学分析方法 第 5 部分：元素含量的测定 X 射线荧光光谱法》。

本部分与 GB/T 14849.5—2010 相比，主要有如下变动：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了锰、镍、钛、铜、磷、镁、铬、钒、钴的检测；
- 样品应破碎通过 0.074 mm 筛，改为应能通过 0.149 mm 标准筛；
- 将粘结剂硼酸改为淀粉或硼酸；
- 将试料中压片压力 20 kN，保压时间 20 s，改为 30 t 压力下保压 30 s；
- 补充了重复性限及再现性限，增加了试验报告。

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：昆明冶金研究院、中国铝业股份有限公司山东分公司、云南永昌硅业股份有限公司。

本部分参加起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、通标标准技术服务有限公司、包头铝业有限公司、蓝星硅材料有限公司、昆明冶研新材料股份有限公司、云南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘英波、赵德平、杨海岸、周杰、杨毅、张爱玲、胡智弢、张晓平、刘汉士、刘维理、马启坤、唐飞、白万里、王宏磊、常智杰、聂恒声、金波、王云舟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14849.5—2010。

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%。再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得。

表 3

元素	含量/%	重复性限 R/%	元素	含量/%	重复性限 R/%
Fe	0.092	0.013	Cu	0.004 2	0.001 4
	0.484	0.025		0.007 0	0.001 8
	1.209	0.050		0.011 5	0.003 0
		0.069 8		0.011 0	
Al	0.078	0.013	P	0.008 6	0.001 9
	0.483	0.025		0.009 5	0.002 1
	0.793	0.060		0.021 3	0.003 3
		0.122 3		0.015 0	
Ca	0.007	0.003	Mg	0.004 1	0.001 5
	0.295	0.020		0.009 3	0.003 6
	0.793	0.050		0.015 7	0.006 5
		0.122 7		0.022 3	
Mn	0.021 2	0.002 7	Cr	0.002 6	0.001 3
	0.034 2	0.004 2		0.009 9	0.001 8
	0.146 9	0.018 8		0.011 2	0.002 1
		0.086 4		0.009 5	
Ni	0.003 0	0.000 8	V	0.000 8	0.000 4
	0.005 5	0.001 0		0.004 9	0.000 9
	0.006 9	0.001 3		0.009 8	0.001 4
0.045 8	0.007 0	0.052		0.006 0	
Ti	0.018 9	0.004 3	Co	0.000 33	0.000 10
	0.029	0.006 6		0.000 9	0.000 3
	0.034	0.007 6			
	0.166 9	0.014 5			

8 质量保证与控制

每周用控制标样校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

工业硅化学分析方法
第 5 部分:杂质元素含量的测定
X 射线荧光光谱法

1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中铁、铝、钙、锰、镍、钛、铜、磷、镁、铬、钒、钴含量的测定方法。本部分适用于工业硅中铁、铝、钙、锰、镍、钛、铜、磷、镁、铬、钒、钴含量的测定,测定范围见表 1。

表 1

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
铁	0.020~1.500	铜	0.001~0.050
铝	0.050~1.000	磷	0.001~0.050
钙	0.010~1.000	镁	0.001~0.050
锰	0.005 0~0.100 0	铬	0.001~0.050
镍	0.001 0~0.100 0	钒	0.000 5~0.050 0
钛	0.005 0~0.100 0	钴	0.000 5~0.050 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 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

X 射线荧光光谱法是通过化学元素二次激发所发射的 X 射线谱线的波长和强度测量来进行定性和定量分析。由光管发生的初级 X 射线束照射在试样上,试样内各化学元素被激发出各自的二次特征辐射,这种二次射线通过准直器到达分光晶体。只有满足衍射条件的某个特定波长的辐射在出射晶体时得到加强,而其他波长的辐射被削弱。

该方法根据 Bragg 定理,即式(1):

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- n ——衍射级数;
- λ ——入射光束(特征辐射)的波长,单位为纳米(nm);
- d ——晶体面间距,单位为厘米(cm);
- θ ——入射光与晶面间的夹角,单位为度(°)。

在定量分析时,首先测量系列标准样品的分析线强度,绘制强度对浓度的标准曲线,并进行必要的