

表 3 再现性限

质量分数/%	R/%
0.005 0	0.001 0
0.008 6	0.001 0
0.011	0.002 0

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

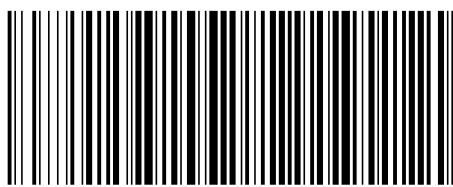
- 试样；
 - 本部分编号(包括发布或出版年号)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-

中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.7—2015

工业硅化学分析方法
第 7 部分：磷含量的测定
磷钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of silicon metal—
 Part 7: Determination of phosphorus content—
 Phosphorus molybdenum blue spectrophotometry



GB/T 14849.7-2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-52388

定价: 14.00 元

2015-09-11 发布

2016-06-01 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

· mL 硫酸(4.6)(每加入一种试剂都需混匀),用水稀释至约 50 mL,于沸水浴中加热 15 min,取下,流水冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 将部分溶液(7.4.2)移入1 cm 比色皿中,以随同试料的空白溶液(7.3)为参比,于波长825 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查得磷量。

1.5 工作曲线的绘制

5.1 移取 0.00 mL、0.25 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 磷标准溶液(4.12)分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至约 30 mL, 以下按 7.4.2 进行。

7.5.2 将部分溶液(7.5.1)移入1 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于波长825 nm处测量其吸光度。以磷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

分析结果的计算

磷的含量按式(1)计算,以磷质量分数 w_p 计,数值以%表示,按 GB/T 8170 的规定来表示和判定:

中：

——自工作曲线上查得的磷量,单位为微克(μg);

——稀释倍数；

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

精密度

3.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的范围内，这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

质量分数/%	$r/\%$
0.005 0	0.000 7
0.008 6	0.000 8
0.011	0.001 5

1.2 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，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。

中华人民共和国
国家标准
工业硅化学分析方法
第7部分：磷含量的测定
磷钼蓝分光光度法
GB/T 14849.7—2015

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)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印

各地新华书店经销
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字

2015年9月第一版 2015年9月第一次印刷
*

书号：155066 · 1-52388 定价 14.00 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

4.11 磷标准贮存溶液:称取 0.439 4 g 预先在 105 ℃烘至恒量并保存于干燥器中的磷酸二氢钾(基准试剂)精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,转移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 磷。

4.12 磷标准溶液:移取 20.00 mL 磷标准贮存溶液(4.11)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 磷。

5 仪器

紫外可见分光光度计。

6 试样

试样应通过 0.149 mm 标准筛,用磁铁除铁。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 中规定的质量称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试样量

磷质量分数/%	试样量/g
0.001 0~0.020	0.50
>0.020~0.050	0.20
>0.050~0.10	0.10
>0.10~0.30	0.20

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用少许水润湿,加入 10 mL 氢氟酸(4.3),室温下溶解 3 min,加入 10 mL 硝酸(4.5),盖上烧杯盖,置于电炉板上加热分解样品,必要时补加适量氢氟酸(4.3)和硝酸(4.5),直至样品完全溶解,冲洗烧杯盖及杯壁,加入 5 mL 高氯酸(4.4),继续加热至冒高氯酸烟,蒸至约 1 mL,取下,加约 10 mL 水,加热使盐类溶解,冷至室温。

磷质量分数 0.001 0%~0.10% 时,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 30 mL。

磷质量分数 >0.10%~0.30% 时,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 试液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 30 mL。

7.4.2 于试液(7.4.1)中加入 10 mL 抗坏血酸溶液(4.8),放置 5 min,加入 3 mL 显色剂溶液(4.10),

前言

GB/T 14849《工业硅化学分析方法》分为 11 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 氢化物发生—原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:六价铬含量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法。

本部分为 GB/T 14849 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由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:昆明冶金研究院。

本部分参加起草单位:云南省出入境检验检疫局、昆明冶研新材料股份有限公司、浙江合盛硅业有限公司、云南永昌硅业股份有限公司、通州标准技术服务有限公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人:赵德平、杨毅、滕亚君、安中庆、刘英波、周杰、向兰、马启坤、胡智弢、聂长虹、薛宁、周娅、刘维理、赵建为、王云舟、张云晖、程堆强、谭少姬、唐飞、王雪霞。