



中华人民共和国国家标准

GB/T 14849.4—2014
代替 GB/T 14849.4—2008

GB/T 14849.4—2014

工业硅化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 4: Determination of impurity contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
工业硅化学分析方法
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
GB/T 14849.4—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 1 字数 19 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*
书号：155066·1-50540 定价 18.00 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 14849.4—2014

2014-12-05 发布

2015-08-01 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 B
(资料性附录)
仪器工作条件

功率/W	辅助气/(L/min)	雾室压/Psi	泵/(r/min)	长波/s	短波/s
1 150	0.5	31~35	50	5~10	8~15

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 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 4 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 14849.4—2008《工业硅化学分析方法 第 4 部分：电感耦合等离子体发射光谱法测定元素含量》。与 GB/T 14849.4—2008 相比，主要技术变化如下：

- 增加了铜、铬、钒、镁、钴、磷、钾、钠、铅、锌、硼的检测；
- 增加了两种溶样方式；
- 补充了重复性限、再现性限实验数据。

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郑州研究院、昆明冶研新材料股份有限公司。

本部分参加起草单位：云南出入境检验检疫局技术中心、通标标准技术服务有限公司、浙江合盛硅业有限公司、云南永昌硅业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘维理、王劲榕、李跃平、赵德平、杨毅、赵建为、王云舟、王宏磊、聂长虹、刘英波、卢国洪、吴豫强、张云晖、谭少姬、程志武、周杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14849.4—2008。

含 1.0 mg 铜。

A.8 铬标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 2.828 5 g 基准重铬酸钾(4.17)(预先在 140 °C 烘干 1 h,置于干燥器中,冷却至室温)于 400 mL 烧杯中,溶于水中,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铬。

A.9 钒标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 1.785 0 g 预先在 110 °C 烘干 1 h 并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒(4.18),置于 400 mL 烧杯中,加入 40 mL 氢氧化钠溶液(4.9),盖上表面,缓慢加热至完全溶解,冷却后加入 100 mL 盐酸(4.4),将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钒。

A.10 镁标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 1.000 0 g 镁(4.19),置于 400 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.4),盖上表面,缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镁。

A.11 钴标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 1.000 0 g 金属钴(4.20),置于 400 mL 烧杯中,加入 60 mL 盐酸(4.4),10 mL 硝酸(4.3),盖上表面,低温加热溶解至完全,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 40 mL 盐酸(4.4),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钴。

A.12 磷标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 4.393 6 g 于 110 °C 干燥至恒重的基准磷酸二氢钾(4.21)于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,溶解完全后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 磷。

A.13 钾标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 1.906 7 g 氯化钾(4.22)(预先于 500 °C~600 °C 灼烧至恒重)于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.4)微热溶解。冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钾。

A.14 钠标准贮存溶液(1.0 mg/mL)

准确称取 2.540 9 g 氯化钠(4.23)(预先于 500 °C~600 °C 灼烧至恒重)于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.4)微热溶解。冷却,将溶液移入 1 000 mL PFA 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钠。

工业硅化学分析方法 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

1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中铁、铝、钙、锰、钛、镍、铜、铬、钒、镁、钴、磷、钾、钠、铅、锌、硼含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中铁、铝、钙、锰、钛、镍、铜、铬、钒、镁、钴、磷、钾、钠、铅、锌、硼量的测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 测定范围

测定元素	质量分数/%	测定元素	质量分数/%
铁	0.020~1.00	镁	0.001 0~0.50
铝	0.020~1.00	钴	0.000 5~0.20
钙	0.010~1.00	磷	0.001 0~0.10
锰	0.005 0~0.50	钾	0.001 0~0.50
钛	0.005 0~0.50	钠	0.001 0~0.50
镍	0.005 0~0.50	铅	0.003 0~0.10
铜	0.001 0~0.50	锌	0.001 0~0.50
铬	0.001 0~0.50	硼	0.000 5~0.20
钒	0.000 5~0.20	—	—

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、硝酸溶解,高氯酸冒烟除去硅、氟等,残渣用盐酸溶解。利用电感耦合等离子体光谱仪,在选定的最佳测定条件下,测量试样中铁、铝、钙、锰、钛、镍、铜、铬、钒、镁、钴、磷、钾、钠、铅、锌、硼含量。