



# 中华人民共和国国家标准

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

---

## 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

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

## 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。

# 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)：

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

式中：

$n$  —— 衍射级数；

$\lambda$  —— 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)；

$\theta$  —— 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