



# 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

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

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.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2015 年 9 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-52388

版权专有 侵权必究

## 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。

# 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

#### 安全警示：

本实验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

#### 1 范围

GB/T 14849 的本部分规定了工业硅中磷含量的测定方法。

本部分适用于工业硅中磷含量的测定，测定范围(质量分数)：0.001 0%~0.30%。

#### 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

试样用氢氟酸、硝酸溶解，加高氯酸蒸发至冒烟除去硅、氟等，使磷氧化成正磷酸，加抗坏血酸溶液使铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ)，加入钼酸铵-硫酸肼显色液，生成磷钼蓝，于波长 825 nm 处测量其吸光度。

#### 4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认的分析纯试剂；所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水，应符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.2 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

4.3 氢氟酸( $\rho=1.15$  g/mL)。

4.4 高氯酸( $\rho=1.67$  g/mL)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 硫酸肼溶液(15 g/L)。

4.8 抗坏血酸溶液(50 g/L)，用时现配。

4.9 钼酸铵溶液：称取 200 g 钼酸铵溶解于 200 mL 水中，加入 700 mL 硫酸(4.6)，冷至室温，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

4.10 显色剂溶液：移取 10 mL 硫酸肼溶液(4.7)、25 mL 钼酸铵溶液(4.9)和 65 mL 水，混匀，用时现配。