



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.23—2008

代替 GB/T 5121.23—1996, GB/T 13293.11—1991

铜及铜合金化学分析方法 第 23 部分：硅含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 23: Determination of silicon content

2008-06-17 发布

2008-12-01 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 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分:铜含量的测定;
- 第 2 部分:磷含量的测定;
- 第 3 部分:铅含量的测定;
- 第 4 部分:碳、硫含量的测定;
- 第 5 部分:镍含量的测定;
- 第 6 部分:铋含量的测定;
- 第 7 部分:砷含量的测定;
- 第 8 部分:氧含量的测定;
- 第 9 部分:铁含量的测定;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:锌含量的测定;
- 第 12 部分:铈含量的测定;
- 第 13 部分:铝含量的测定;
- 第 14 部分:锰含量的测定;
- 第 15 部分:钴含量的测定;
- 第 16 部分:铬含量的测定;
- 第 17 部分:铍含量的测定;
- 第 18 部分:镁含量的测定;
- 第 19 部分:银含量的测定;
- 第 20 部分:锆含量的测定;
- 第 21 部分:钛含量的测定;
- 第 22 部分:镉含量的测定;
- 第 23 部分:硅含量的测定;
- 第 24 部分:硒、碲含量的测定;
- 第 25 部分:硼含量的测定;
- 第 26 部分:汞含量的测定;
- 第 27 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 23 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三。

本部分代替 GB/T 5121.23—1996《铜及铜合金化学分析方法 硅量的测定》、GB/T 13293.11—1991《高纯阴极铜化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。

本部分与 GB/T 5121.23—1996、GB/T 13293.11—91 相比,主要有如下变动:

- 方法一是对 GB/T 13293.11—1991 和 GB/T 5121.23—1996 中“第一篇 方法 1 萃取钼蓝分光光度法”的整合修订。测定范围由原标准的 0.000 1%~0.002 0% 和 0.001 0%~0.025% 修订为 0.000 1%~0.025%, 补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 方法二是对 GB/T 5121.23—1996 中“第二篇 方法 2 钼蓝分光光度法”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;

——方法三是对 GB/T 5121.23—1996 中“第三篇 方法 3 重量法”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款。

本部分附录 A 为规范性附录。

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归口。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一由北京矿冶研究总院起草。

本部分方法一由铜陵有色金属集团控股有限公司、甘肃西北铜加有限责任公司参加起草。

本部分方法一主要起草人:冯先进、高颖剑、许翠端。

本部分方法一主要验证人:王晋平、赵义、罗咏梅、李文军。

本部分方法二、方法三由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法二、方法三由铜陵有色金属集团控股有限公司、甘肃西北铜加有限责任公司参加起草。

本部分方法二主要起草人:张敬华、郭朝霞、刘爱菊、宋顺茂。

本部分方法二主要验证人:汪霞、王晋平、赵振林。

本部分方法三主要起草人:张敬华、刘爱菊、郭朝霞、宋顺茂。

本部分方法三主要验证人:杨桂平、王晋平、刘艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5121.23—1996、GB/T 13293.11—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第 23 部分:硅含量的测定

1 方法一 萃取-钼蓝分光光度法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中硅含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中硅含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.025%。

1.2 方法原理

试样用硝酸溶解并蒸发至稠浆状,加入氢氟酸溶解不溶性二氧化硅,用硫酸铝钾络合过量的氟离子。在 pH1.0~pH1.5 范围内,硅与钼酸铵生成硅钼黄杂多酸,于硫酸介质中用正丁醇萃取,有机相用硫酸联胺和氯化亚锡将硅钼黄还原成硅钼蓝,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。按工作曲线法计算硅的质量分数。

1.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

1.3.1 正丁醇。

1.3.2 无水乙醇。

1.3.3 硫酸(1+3)BV III。

1.3.4 硝酸(1+1)BV III。

1.3.5 硝酸(1+6)BV III。

1.3.6 氢氟酸(1+1)BV III。

1.3.7 氨水(1+1)BV III。

1.3.8 硫酸铝钾溶液(150 g/L)。

1.3.9 钼酸铵溶液(100 g/L)。

1.3.10 柠檬酸溶液(500 g/L)。

1.3.11 硫酸联胺溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 硫酸联胺溶于 100 mL 硫酸[$c(1/2H_2SO_4)=0.5 \text{ mol/L}$]中。

1.3.12 氯化亚锡溶液(50 g/L):称取 5 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$,优级纯)溶于 50 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)中,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

1.3.13 洗涤液:于 82 mL 水中,加入 12 mL 硫酸(1+3)溶液,6 mL 正丁醇,充分摇匀。

1.3.14 硅标准贮存溶液:称取 0.214 2 g 二氧化硅(优级纯)于铂坩埚中,加入 5 g 碳酸钠和碳酸钾混合熔剂(2+1),混匀,加盖,置于已升温至 400℃ 的马弗炉中,继续升温至 900℃,熔融 1 h。取出冷却,移入聚四氟乙烯烧杯中,加热水浸出,煮沸至透明,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

1.3.15 硅标准溶液:移取 5.00 mL 硅标准贮存溶液(1.3.14)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 μg 硅。

1.4 仪器

1.4.1 载气密闭蒸发器装置:见图 1。

1.4.2 分光光度计。