



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.8—2004
代替 GB/T 12689.5—1990

锌及锌合金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys
—The determination of silicon content
—The molybdenum blue spectrophotometric method

2004-04-30 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 8 部分。

本部分是对 GB/T 12689.5—1990《锌及锌合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.5—1990 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了质量保证和控制条款。

本部分代替 GB/T 12689.5—1990。

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。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由葫芦岛有色集团公司起草。

本部分主要起草人:冯志维、李飞、朱香。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12689.5—1990。

锌及锌合金化学分析方法

硅量的测定 钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中硅含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中硅含量的测定。测定范围:0.010%~0.050%。

2 方法原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解,在稀硫酸溶液中,硅与钼酸铵形成硅钼杂多酸,用抗坏血酸还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 680 nm 处测量吸光度。

3 试剂

分析用水均为二次蒸馏水。试剂均贮存于塑料瓶中。

3.1 市售试剂

3.1.1 金属锌(>99.99%)。

3.1.2 金属铜(>99.99%,硅<0.001%)。

3.1.3 氢氧化钠(400 g/L)。

3.1.4 氢氟酸(40%)。

3.2 溶液

3.2.1 硫酸(4 mol/L),优级纯。

3.2.2 硝酸(1+2),优级纯。

3.2.3 钼酸铵溶液(50 g/L)。

3.2.4 硼酸饱和溶液。

3.2.5 抗坏血酸溶液(50 g/L),用时现配。

3.2.6 铝溶液(10 g/L):称取 1.000 g 金属铝(>99.99%)于氟塑料杯中,加入 2 mL~3 mL 氢氧化钠溶液(3.1.3),低温加热至完全溶解,取下冷却,用硝酸(3.2.2)中和至微酸性(pH2~3),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.3 标准溶液

3.3.1 硅标准贮存溶液:称取 0.107 0 g 二氧化硅(>99.99%)与 3 g 碳酸钠在铂坩埚中熔融,用水浸出熔融物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 硅。

3.3.2 硅标准溶液:移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.3.1),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)放入铂坩埚中或氟塑料杯内,加入 12 mL 硝酸(3.2.2),盖上表皿,低温加热溶解。取下,滴加 10 滴氢氟酸(3.1.4),加入 10 mL 硼酸饱和溶液(3.2.4)、50 mL 水,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。取两份 10.00 mL 溶液分别放入 50 mL 容量瓶中,用水稀释一个容量瓶至刻度,混匀(此溶液作为比较液)。向另一个容量瓶中加水至约 40 mL。

5.3.2 用硫酸(3.2.1)调节 pH1~2(用 pH 计或 pH 试纸测定),加入 1 mL 钼酸铵溶液(3.2.3),混匀,放置 10 min(温度保持 25℃~35℃)。加入 2 mL 硫酸(3.2.1),混匀。加入 1 mL 抗坏血酸溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀,放置 20 min。

5.3.3 将部分溶液移入 2 cm 吸收池中,以比较液为参比,于分光光度计波长 680 nm 处测量吸光度。

5.3.4 减去试剂空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 称取 0.900 g 金属锌(3.1.1)和 0.015 g 金属铜(3.1.2)(当合金含铜量为 1.0%~2.0%时)或 0.050 g 金属铜(3.1.2)(当合金含铜量为 4.0%~5.5%时),于铂坩埚或氟塑料杯中,加入 12 mL 硝酸(3.2.2),加热至完全溶解。滴加 10 滴氢氟酸(3.1.4),加入 10 mL 铝溶液(3.2.6)、10 mL 硼酸饱和溶液(3.2.4)和 40 mL 水,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 分别移取 10.00 mL 溶液(5.4.1)于 5 个 50 mL 容量瓶中,依次加入 0、1.00、3.00、5.00、10.00 mL 硅标准溶液(3.3.2),该标准溶液对应的硅量为 0、5.00、15.00、25.00、50.00 μg。加水至约 40 mL。以下按 5.3.2 条进行。

5.4.3 将部分溶液移入 2 cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 680 nm 处测量吸光度。以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算硅含量 $w(\text{Si})$:

$$w(\text{Si})(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的硅量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至二位小数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

$w(\text{Si})$	允许差
0.010~0.050	0.003

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。