



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.12—2012
代替 GB/T 4324.12—1984

钨化学分析方法 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 12: Determination of silicon content—
Chlorization-molybdenum blue spectrophotometry

2012-12-31 发布

2013-10-01 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 4324《钨化学分析方法》分为 28 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 12 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 4324.12—1984《钨化学分析方法 氯化-钼蓝光度法测定硅量》。本部分与 GB/T 4324.12—1984 相比主要技术变化如下：

- 氯化分离主体钨后，“加碳酸钠在高温炉中熔融”改为“加氢氟酸-硝酸溶解残渣”，同时不需正丁醇萃取分离，直接在水相中显色进行测定；
- 适用范围中增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵；测定范围由“0.000 5%~0.030%”改为“0.000 4%~0.030%”；

GB/T 4324.12—2012

——将“测定次数”中“三次”改为“两次”。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:株洲硬质合金集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人:熊静、张颖、尹华、韦瑞屏、易建波、彭宇、杨建国、赵声志。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.12—1984。

钨化学分析方法

第 12 部分：硅量的测定

氯化-钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中硅量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中硅量的测定。测定范围为 0.000 4%~0.030%。

2 方法提要

试样经氯化分离主体钨，残渣在氯化钾存在下，用氢氟酸-硝酸溶解，以硼酸抑制氟离子影响，加钼酸铵生成硅钼杂多酸。在草酸-硫酸介质中，用 1,2,4-酸和亚硫酸钠作还原剂，使硅钼黄还原为硅钼蓝，于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为二次蒸馏水。

3.1 氢氟酸，经恒沸蒸馏提纯或优级纯以上纯度。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)，优级纯。

3.3 氯化钾溶液(10 g/L)。

3.4 硼酸溶液(60 g/L)：称取 60 g 优级纯硼酸，加热溶解于水中，并稀释到 1 000 mL，混匀。必要时过滤。

3.5 高锰酸钾溶液(10 g/L)，用时配制。

3.6 钼酸铵溶液(100 g/L)：称取 50 g 优级纯钼酸铵，加热溶解于水中，稀释到 500 mL，混匀。必要时过滤，贮存于塑料瓶中。

3.7 草酸-硫酸混合液：称取 30 g 草酸于 1 000 mL 烧杯中，加入 200 mL 水，缓缓加入 300 mL 硫酸(1+1)搅拌使其溶解，用水稀释到 1 000 mL，混匀，贮存于塑料瓶中。

3.8 硅还原剂：称取 5 g 无水亚硫酸钠和 0.050 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶于水中，并稀释至 50 mL，搅拌使其溶解，用时配制。

3.9 硅标准贮存溶液：称取 0.106 9 g 预先经 900 °C 灼烧过的二氧化硅($w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$)于铂坩埚中，加 4 g 无水碳酸钠，置于 900 °C~950 °C 高温炉中熔融至红色透明(约 12 min)。取出冷却，用水洗净坩埚底，用沸水浸出熔块于塑料杯中，洗出铂坩埚，冷却。移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含有 100 μg 硅。

3.10 硅标准溶液：移取 25.00 mL 硅标准贮存溶液(3.9)于 500 mL 容量瓶中，加 1 g 无水碳酸钠，摇动溶解，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含有 5 μg 硅。