

UDC 546.831.062  
H 14



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.12—92

---

## 锆及锆合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

Zirconium and zirconium alloys  
—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 锆及锆合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

GB/T 13747.12—92

Zirconium and zirconium alloys  
—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中硅含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中硅含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.040%。

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定  
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定  
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

### 3 方法原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解。用硼酸掩蔽氟离子。在 pH1.5 左右硅与钼酸铵生成黄色硅钼杂多酸,用还原剂将其还原为钼蓝后,于分光光度计波长 800nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

- 4.1 氢氟酸(1+4),优级纯。
- 4.2 硝酸(1+1),优级纯。
- 4.3 硼酸饱和溶液。
- 4.4 高锰酸钾溶液(1g/L)。
- 4.5 钼酸铵溶液(100g/L):称取 50g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 500mL 水中。
- 4.6 酒石酸溶液(200g/L)。
- 4.7 还原剂溶液:称取 20g 亚硫酸钠溶于 160mL 水中,再加入 0.4g1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,溶解完全后加 40mL 水,用时现配。
- 4.8 硅标准贮存溶液:称取 1.0697g 预先在 1 000℃灼烧 30min 并于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(优级纯)于铂坩埚中,加入 5g 碳酸钠、5g 碳酸钾,混匀。在 1 000℃高温炉中熔融 20min,取出冷却,于聚四氟乙烯烧杯中用热水浸出熔块,冷却后移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1mL 含 1mg 硅。
- 4.9 硅标准溶液:移取 10.0mL 硅标准贮存溶液(4.8)于 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1mL 含 10 $\mu\text{g}$  硅。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施