

ICS 77.120.30
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.23—1996

铜及铜合金化学分析方法 硅量的测定

Copper and copper alloys—Determination of silicon content

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜及铜合金化学分析方法 硅量的测定
GB/T 5121.23—1996

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:63787337、63787447

2005年8月第一版 2005年8月电子版制作

*

书号: 155066·1-23297

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本系列标准中《铜量的测定》方法 2、《铁量的测定》方法 1、《锡量的测定》方法 2、《锰量的测定》方法 1 及《镉量的测定》方法,分别为等效采用 ISO 1553:1976《含铜量不低于 99.90%的纯铜——电解法测定含铜量》、ISO 1812:1976《铜及铜合金铁量的测定——1,10-二氮杂菲分光光度法》、ISO 3111:1975《铜合金——合金元素锡的测定——滴定法》、ISO 2543:1973《铜及铜合金——锰量的测定——高碘酸钾分光光度法》、ISO 5960:1984《铜合金——镉含量的测定——火焰原子吸收光谱法》。采用说明如下:

- a) 《铜量的测定》方法 2:测定范围为大于 99.90%~99.98%,ISO 1553:1976 为不低于 99.9%;
- b) 《铁量的测定》方法 1:测定范围为 0.001 5%~0.50%,ISO 1812:1976 为不大于 0.4%(m/m);
- c) 《锡量的测定》方法 2:测定范围为大于 0.50%~10.00%,ISO 3111:1975 为 0.5%~13%;
- d) 《锰量的测定》方法 1:测定范围为 0.030%~2.50%,精密度按 GB 6379 在 1993 年选择五个水平,由八个实验室共同试验结果确定的。ISO 2543:1973 的测定范围为不大于 6%(m/m),无精密度的规定;
- e) 《镉量的测定》方法:测定范围为 0.50%~1.50%,ISO 5960:1984 为 0.000 5%~2.0%。

本系列标准改变了原标准以铜及铜合金的牌号设立分析方法标准的不合理标准体系结构,建立了以测定元素设分析方法标准的科学的标准体系结构。前者包括铜、黄铜、硅青铜和硅黄铜、锡青铜、白铜、铝青铜、铬青铜、镉青铜、铍青铜化学分析方法 9 个标准,共测定 21 个元素,125 个分析方法;后者为铜及铜合金化学分析方法 23 个标准,共测定 24 个元素,33 个分析方法,其体系已与国际标准接轨。

本系列标准的适用范围包括了 GB 466—82、GB 5231—85、GB 5232—85、GB 5233—85、GB 5234—85 中规定的全部铜及铜合金 88 个牌号的冶炼、加工产品及其相同牌号的铸造产品化学成分含量的测定。其中铜、铁、锌、铝、锰、锡、镍、碳、硫、铅、铬、铍、钛、氧、镉、磷、硅、砷、锑、铋量的测定方法为修订;《硅量的测定》方法 3(重量法)和《钴量的测定》方法,分别为原 GB 6520—86、GB 8550—87 两个标准中的相应方法经编辑性修改后予以重新确认的方法;银、镁、锆量的测定方法为新制定的方法。

本系列标准中《氧量的测定》方法(脉冲加热惰气熔融红外线吸收法),限于目前大部分生产单位和主要的使用单位缺乏测氧仪器的国情,原 YS/T 335—94(即 YB 731—70)《电真空器件用无氧铜含氧量金相检验方法》与新标准同时有效,待测氧仪器普及使用后,废弃原氧量的测定标准。

本系列标准生效之日起,代替 GB 5121—85、GB 5122—85、GB 6520—86、GB 8002—87、GB 8550—87。同时,原行业标准 YS/T 316—94(即 YB 55—64)、YS/T 326—94(即 YB 598—65)、YS/T 327—94(即 YB 599—65)、YS/T 328—94(即 YB 600—65)作废。

本系列标准中的附录,除《锰量的测定》、《磷量的测定》、《硅量的测定》的附录 A 为标准的附录外,其他元素含量测定方法中的附录 A 均为提示的附录。

本系列标准由中国有色金属工业总公司提出。

本系列标准由洛阳铜加工厂、沈阳有色金属加工厂、中国有色金属工业总公司标准计量研究所负责起草。

本系列标准主要负责起草人:张德来、陈德润、覃彦。

本系列标准的起草单位及起草人如下表所示。

分 标 准	起 草 单 位	起 草 人
铜量的测定	洛阳铜加工厂	夏庆珠、姬德厚
磷量的测定	洛阳铜加工厂	王同玉、夏庆珠
铅量的测定	洛阳铜加工厂	孙玉宝
碳硫量的测定	沈阳有色金属加工厂	关金光
镍量的测定	上海铜管总厂	钱湖平
	浙江省冶金研究院	周寄展、孔水龙、江少娟
铋量的测定	北京有色金属研究总院	王克刚
砷量的测定	沈阳有色金属加工厂	李素凤
氧量的测定	洛阳铜加工厂	张德来
铁量的测定	洛阳铜加工厂	杨代新、唐效苏
锡量的测定	白银有色金属公司西北铜加工厂	李继和、吉春芳
锌量的测定	沈阳有色金属加工厂	王建成、杨海东、羿淑清
锑量的测定	上海铜管总厂	谢景山
铝量的测定	沈阳有色金属加工厂	陈德润、高 嵩
锰量的测定	沈阳有色金属加工厂	陈德润
钴量的测定	沈阳有色金属加工厂	陈德润
铬量的测定	白银有色金属公司西北铜加工厂	杨岁远
铍量的测定	航天总公司 621 所	黄树茂、姜秀玉
镁量的测定	沈阳有色金属加工厂	李素凤
银量的测定	沈阳有色金属加工厂	杨海东、王建成
锆量的测定	北京矿冶研究总院	周以华
钛量的测定	洛阳铜加工厂	原怀保
镉量的测定	洛阳铜加工厂	邓宛梅
硅量的测定	洛阳铜加工厂	宋顺茂

铜及铜合金化学分析方法 硅量的测定

Copper and copper alloys—Determination of silicon content

代替 GB 5122.16—85
GB 6520.14—86
GB 8002.12—87
GB 8550.20—87
GB 8550.21—87

第一篇 方法 1 萃取钼蓝分光光度法测定硅量

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中硅含量的测量方法。

本标准适用于铜及铜合金中硅含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.025%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料用盐酸、硝酸和氢氟酸溶解，在微酸性溶液中硅与钼酸铵形成硅钼酸。于硝酸溶液中用 MIBK 萃取，用氯化亚锡还原硅钼酸为钼蓝。于分光光度计波长 740 nm 处测量吸光度。

4 试剂

本方法所用水均为二次去离子水。试剂均贮存于聚乙烯瓶中。

4.1 尿素。

4.2 无水乙醇。

4.3 混合酸：于 60 mL 水中加入 30 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL, 高纯)、10 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL, 高纯)。4.4 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL), 优级纯。

4.5 硼酸溶液(50 g/L)。

4.6 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(100 g/L), 高纯。4.7 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液(500 g/L)。

4.8 硝酸(1+3), 高纯。

4.9 4-甲基-戊酮-2。

4.10 盐酸(1+9), 高纯。

4.11 氯化亚锡溶液(10 g/L): 称取 1 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 加入 20 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL, 高纯), 加热使其溶解, 冷却, 用水稀释至 100 mL。用时现配。

4.12 硅标准贮存溶液: 称取 0.427 9 g 预先经 1 000 °C 灼烧并于干燥器中冷却至室温的二氧化硅