



中华人民共和国国家标准

GB/T 8647.3—2006
代替 GB/T 8647.3—1988

镍化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

The methods for chemical analysis of nickel—
Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometric method

2006-09-26 发布

2007-02-01 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 8647《镍化学分析方法》共分为如下 10 部分：

GB/T 8647.1《镍化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法》；

GB/T 8647.2《镍化学分析方法 铝量的测定 电热原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.3《镍化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法》；

GB/T 8647.4《镍化学分析方法 磷量的测定 钼蓝分光光度法》；

GB/T 8647.5《镍化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.6《镍化学分析方法 镉、钴、铜、锰、铅、锌量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.7《镍化学分析方法 砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法》；

GB/T 8647.8《镍化学分析方法 硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》；

GB/T 8647.9《镍化学分析方法 碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》；

GB/T 8647.10《镍化学分析方法 砷、镉、铅、锌、锑、铋、锡、钴、铜、锰、镁、硅、铝、铁量的测定 发射光谱法》。

本部分为第 3 部分。

本部分代替 GB/T 8647.3—1988《镍化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。与 GB/T 8647.3—1988 相比，本部分主要有如下变动：

——对文本格式进行了修订；

——补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

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。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院起草。

本部分主要起草人：李华昌、陈潮炎、于振祥、朱儒林。

本部分主要验证人：刘海东、喻生洁、文占杰、高泽祥。

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 8647.3—1988。

镍化学分析方法

硅量的测定 钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了镍中硅含量的测定方法。

本部分适用于镍中硅含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.002 5%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解并蒸至稠浆状,加入氢氟酸使其中的不溶性二氧化硅生成可溶性的单硅酸。在pH1.0~pH1.5时,硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸,于硫酸介质中用正丁醇萃取,用硫酸联胺和氯化亚锡将有机相中的硅钼黄还原成钼蓝,于分光光度计波长630 nm处测量其吸光度。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为二级水或相当纯度的实验室用水。试剂配制后均贮存于塑料瓶中。

3.1 硼酸,高纯。

3.2 硼酸饱和溶液。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),高纯。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL),高纯。

3.6 硫酸(1+3)。

3.7 硫酸(7+93)。

3.8 氢氟酸,高纯。

3.9 氢氟酸(1+1)。

3.10 正丁醇。

3.11 钼酸铵溶液(100 g/L):称取10 g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (高纯)溶于80 mL热水中,冷却。用水稀释至100 mL,混匀。

3.12 硫酸联胺溶液(2.5 g/L),优级纯。用硫酸(1.5+98.5)配制。

3.13 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取10 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(优级纯)溶于高纯盐酸(1+1)中并稀释至100 mL,混匀。用时现配。

3.14 柠檬酸溶液(500 g/L),优级纯。

3.15 硅标准贮存溶液:称取0.214 2 g二氧化硅 $[\omega(\text{SiO}_2) \geq 99.9\%]$ 于铂坩埚中,加入5 g优级纯无水碳酸钠,混匀,加盖,置于400℃的箱式电阻炉中,升温至900℃,熔融1 h,取出,冷却,用水洗净坩埚外壁,置于聚四氟乙烯烧杯中,加100 mL热水低温溶解,冷至室温。移入1 000 mL容量瓶中,以水定容,立即移入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液1 mL含100 μg 硅。

3.16 硅标准溶液:移取50.00 mL硅标准贮存溶液(3.15)于1 000 mL容量瓶中,以水定容,立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液1 mL含5 μg 硅。

4 仪器与装置

4.1 分光光度计。