



中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.10—2009

金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of gold—
Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 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 11066《金化学分析方法》分为如下 10 个部分：

- GB/T 11066.1 金化学分析方法 金量的测定 火试金法；
- GB/T 11066.2 金化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.3 金化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.4 金化学分析方法 铜、铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.5 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋和铍量的测定 原子发射光谱法；
- GB/T 11066.6 金化学分析方法 镁、镍、锰和钡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.7 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、铍、镁、镍、锰、钡、锡和铬量的测定 火花原子发射光谱法；
- GB/T 11066.8 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、铍、镁、镍、锰、钡和铬量的测定 乙酸乙酯萃取-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- GB/T 11066.10 金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 11066 的第 10 部分。

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。

本部分负责起草单位：成都印钞公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、金川集团有限公司、沈阳造币技术研究所、长春黄金研究院、铜陵有色金属集团公司。

本部分主要起草人：杨萍、陈云红、喻生洁、周阔久、刘冰、董丽萍、王晋平、姜丽红。

金化学分析方法

硅量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 11066 的本部分规定了金中酸溶硅的测定方法。

本部分适用于金中酸溶硅量的测定。测定范围:硅质量分数 0.001 0%~0.005 0%。

2 方法提要

试样以混合酸溶解,在稀酸介质中,用盐酸羟胺还原金,分离基体元素。硅与钼酸铵形成硅钼杂多酸,在硫酸和草酸介质中,用抗坏血酸还原硅钼杂多酸为蓝色络合物,于分光光度计波长 810 nm 处测量吸光度,于工作曲线求得相应的硅量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 混合酸:以 1 份硝酸(ρ 约 1.42 g/mL,优级纯)与 3 份盐酸(ρ 约 1.19 g/mL,优级纯)和 3 份水混匀。
- 3.2 盐酸(1+1)优级纯。
- 3.3 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
- 3.4 硫酸(1+9)优级纯。
- 3.5 草酸溶液(80 g/L)。
- 3.6 钼酸铵溶液(50 g/L):称取 50 g 钼酸铵($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 000 mL 水中。
- 3.7 抗坏血酸溶液(40 g/L):用时现配。
- 3.8 硅标准贮存溶液:称取 0.107 0 g 二氧化硅(SiO_2 的质量分数大于 99.9%,120 °C 烘 2 h 冷却至室温),置于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠(优级纯),于 950 °C~1 000 °C 熔融至红色透明。稍冷后用热水浸出,冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。立即转移到塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。
- 3.9 硅标准溶液:移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.8)于 250 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μg 硅。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将金制备成屑状或小片状,用热盐酸(3.2)浸泡 15 min 后,用无水乙醇或丙酮洗净晾干,置于干燥器中备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。