

UDC 669.891 : 543.06
H 12



中华人民共和国国家标准

GB 10267.2—88

金属钙分析方法 微量硅的光度法测定

Method for analysis of calcium metal—
The determination of micro-amounts of silicon by photometric method

1988-12-30 发布

1989-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

金属钙分析方法 微量硅的光度法测定

UDC 669.891
:543.06

GB 10267.2—88

Method for analysis of calcium metal—
The determination of micro-amounts
of silicon by photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准叙述了金属钙中硅的测定原理并规定了分析步骤、结果计算及方法精密度。

本标准适用于金属钙中硅的测定。测定范围 $10\sim 320\mu\text{g/g}$ ，杂质允许量($\mu\text{g/g}$)：铜2 000，氮1 500，铁300，铝700，锰300，镍100，镁5 000，砷50，磷50，铬1000。

2 方法提要

在 0.13 mol/L 的盐酸介质中，硅与钼酸铵形成硅钼杂多酸。提高盐酸酸度至 1.8 mol/L 以消除磷的干扰。用抗坏血酸把硅钼黄还原成硅钼蓝。在分光光度计上， 650 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

试剂除标明者外，皆为分析纯试剂；本方法所用之水皆为二次通过阴阳离子交换树脂交换的去离子水或二次蒸馏水，并都应贮存于聚乙烯瓶中。

3.1 盐酸 优级纯，密度 1.19 g/cm^3 。

3.2 盐酸(1+1) 用盐酸(3.1)配制。

3.3 钼酸铵溶液 5.0% (m/V)。

3.4 抗坏血酸溶液 1.0% (m/V)。

3.5 对硝基苯酚乙醇溶液 0.1% (m/V)。

3.6 基体钙溶液 称取 12.51 g 高纯碳酸钙于 300 mL 塑料杯中，加入 20 mL 水，分数次缓慢加入 25.0 mL 盐酸(3.1)，溶解完全后，转移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 0.05 g 钙。

3.7 氢氧化铵溶液 在两个干净的塑料杯中，分别加入 100 mL 水和 100 mL 优级纯氢氧化氨，放入密闭容器内，静置 24 h ，令其扩散平衡后使用。

3.8 硅标准溶液

3.8.1 称取 2.139 g 基准二氧化硅(于 800°C 灼烧过 2 h 并在干燥器内冷却至室温)放入铂坩锅中，加 20 g 基准无水磷酸钠，用干燥的塑料棒搅拌均匀。在 $1\ 000^\circ\text{C}$ 的马弗炉中熔融 40 min ，冷却后，熔块移入塑料杯中，用热水浸取，转移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 1.0 mg 硅。

3.8.2 移取硅标准溶液(3.8.1) 10.0 mL ，置于 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 $10.0\mu\text{g}$ 硅。

中国核工业总公司1988-12-30批准

1989-10-01发布