



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.12—2019
代替 GB/T 13747.12—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 12 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 12: Determination of silicon content—Molybdenum blue spectrophotometry

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》拟分为 27 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第 6 部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 9 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铅量的测定 极谱法；
- 第 14 部分：铀量的测定 极谱法；
- 第 15 部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第 16 部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；
- 第 17 部分：镉量的测定 极谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 20 部分：钪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 22 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 23 部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第 24 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 25 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 13747 的第 12 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13747.12—1992《锆及锆合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。本部分与 GB/T 13747.12—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 扩大了测定范围：测定范围由原 0.002 0%~0.040% 扩至 0.001 0%~0.040%（见第 1 章，1992 年版的第 1 章）；
- 增加了样品条款（见第 5 章）；
- 增加了精密度条款（见第 8 章）；
- 增加了试验报告条款（见第 9 章）。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西安汉唐分析检测有限公司、西部金属材料股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、贵州省分析测试研究院。

本部分主要起草人:罗琳、孙宝莲、王金磊、刘雷雷、杨欣、王歆凯、刘厚勇、黄增鑫、李维敏、惠泊宁、周志平、谢辉、熊晓燕、白焕焕、赵武利、黄英、周元敬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.12—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 12 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中硅含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中硅含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.040%。

2 原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解。用硼酸掩蔽氟离子。在 pH 1.5 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硅钼蓝后，于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氢氟酸(1+4)，优级纯。

3.2 硝酸(1+1)，优级纯。

3.3 硼酸饱和溶液。

3.4 高锰酸钾溶液(1 g/L)。

3.5 钼酸铵溶液(100 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 500 mL 水中。

3.6 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.7 还原剂溶液：称取 20 g 亚硫酸钠溶于 160 mL 水中，再加入 0.4 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸，溶解完全后加 40 mL 水，用时现配。

3.8 硅标准贮存溶液：称取 1.069 7 g 预先在 1 000 °C 灼烧 30 min 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 5 g 碳酸钠、5 g 碳酸钾，混匀。在 1 000 °C 高温炉中熔融 20 min，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 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 硅。

3.9 硅标准溶液：移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.8)于 1 000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 硅。

4 仪器

分光光度计。

5 样品

将样品加工成长度不大于 5 mm 的碎屑。