

ICS 77.120.30  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.23—2008  
代替 GB/T 5121.23—1996, GB/T 13293.11—1991

---

## 铜及铜合金化学分析方法 第 23 部分：硅含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—  
Part 23: Determination of silicon content

2008-06-17 发布

2008-12-01 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 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分:铜含量的测定;
- 第 2 部分:磷含量的测定;
- 第 3 部分:铅含量的测定;
- 第 4 部分:碳、硫含量的测定;
- 第 5 部分:镍含量的测定;
- 第 6 部分:铋含量的测定;
- 第 7 部分:砷含量的测定;
- 第 8 部分:氧含量的测定;
- 第 9 部分:铁含量的测定;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:锌含量的测定;
- 第 12 部分:铈含量的测定;
- 第 13 部分:铝含量的测定;
- 第 14 部分:锰含量的测定;
- 第 15 部分:钴含量的测定;
- 第 16 部分:铬含量的测定;
- 第 17 部分:铍含量的测定;
- 第 18 部分:镁含量的测定;
- 第 19 部分:银含量的测定;
- 第 20 部分:锆含量的测定;
- 第 21 部分:钛含量的测定;
- 第 22 部分:镉含量的测定;
- 第 23 部分:硅含量的测定;
- 第 24 部分:硒、碲含量的测定;
- 第 25 部分:硼含量的测定;
- 第 26 部分:汞含量的测定;
- 第 27 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 23 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三。

本部分代替 GB/T 5121.23—1996《铜及铜合金化学分析方法 硅量的测定》、GB/T 13293.11—1991《高纯阴极铜化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。

本部分与 GB/T 5121.23—1996、GB/T 13293.11—91 相比,主要有如下变动:

- 方法一是对 GB/T 13293.11—1991 和 GB/T 5121.23—1996 中“第一篇 方法 1 萃取钼蓝分光光度法”的整合修订。测定范围由原标准的 0.000 1%~0.002 0%和 0.001 0%~0.025%修订为 0.000 1%~0.025%,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 方法二是对 GB/T 5121.23—1996 中“第二篇 方法 2 钼蓝分光光度法”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;

——方法三是对 GB/T 5121.23—1996 中“第三篇 方法 3 重量法”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款。

本部分附录 A 为规范性附录。

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。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一由北京矿冶研究总院起草。

本部分方法二由铜陵有色金属集团控股有限公司、甘肃西北铜加有限责任公司参加起草。

本部分方法二主要起草人:冯先进、高颖剑、许翠端。

本部分方法二主要验证人:王晋平、赵义、罗咏梅、李文军。

本部分方法三、方法四由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法三、方法四由铜陵有色金属集团控股有限公司、甘肃西北铜加有限责任公司参加起草。

本部分方法三主要起草人:张敬华、郭朝霞、刘爱菊、宋顺茂。

本部分方法三主要验证人:汪霞、王晋平、赵振林。

本部分方法四主要起草人:张敬华、刘爱菊、郭朝霞、宋顺茂。

本部分方法四主要验证人:杨桂平、王晋平、刘艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5121.23—1996、GB/T 13293.11—1991。

## 铜及铜合金化学分析方法

### 第 23 部分:硅含量的测定

#### 1 方法一 萃取-钼蓝分光光度法

##### 1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中硅含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中硅含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.025%。

##### 1.2 方法原理

试样用硝酸溶解并蒸发至稠浆状,加入氢氟酸溶解不溶性二氧化硅,用硫酸铝钾络合过量的氟离子。在 pH1.0~pH1.5 范围内,硅与钼酸铵生成硅钼黄杂多酸,于硫酸介质中用正丁醇萃取,有机相用硫酸联胺和氯化亚锡将硅钼黄还原成硅钼蓝,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。按工作曲线法计算硅的质量分数。

##### 1.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

###### 1.3.1 正丁醇。

###### 1.3.2 无水乙醇。

###### 1.3.3 硫酸(1+3)BVⅢ。

###### 1.3.4 硝酸(1+1)BVⅢ。

###### 1.3.5 硝酸(1+6)BVⅢ。

###### 1.3.6 氢氟酸(1+1)BVⅢ。

###### 1.3.7 氨水(1+1)BVⅢ。

###### 1.3.8 硫酸铝钾溶液(150 g/L)。

###### 1.3.9 钼酸铵溶液(100 g/L)。

###### 1.3.10 柠檬酸溶液(500 g/L)。

###### 1.3.11 硫酸联胺溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 硫酸联胺溶于 100 mL 硫酸 $[c(1/2H_2SO_4)=0.5 \text{ mol/L}]$ 中。

###### 1.3.12 氯化亚锡溶液(50 g/L):称取 5 g 氯化亚锡( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ,优级纯)溶于 50 mL 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )中,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

###### 1.3.13 洗涤液:于 82 mL 水中,加入 12 mL 硫酸(1+3)溶液,6 mL 正丁醇,充分摇匀。

###### 1.3.14 硅标准贮存溶液:称取 0.214 2 g 二氧化硅(优级纯)于铂坩埚中,加入 5 g 碳酸钠和碳酸钾混合熔剂(2+1),混匀,加盖,置于已升温至 400℃ 的马弗炉中,继续升温至 900℃,熔融 1 h。取出冷却,移入聚四氟乙烯烧杯中,加热水浸出,煮沸至透明,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 $\mu\text{g}$ 硅。

###### 1.3.15 硅标准溶液:移取 5.00 mL 硅标准贮存溶液(1.3.14)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 $\mu\text{g}$ 硅。

##### 1.4 仪器

###### 1.4.1 载气密闭蒸发器装置:见图 1。

###### 1.4.2 分光光度计。

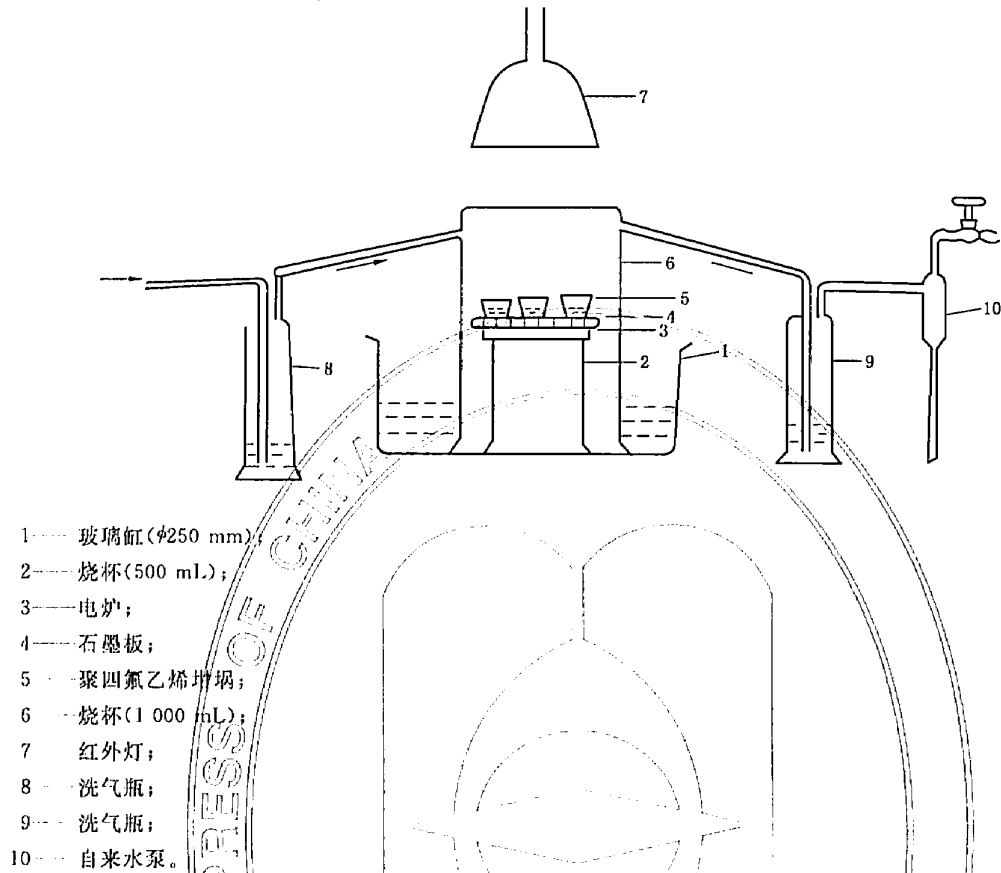


图 1 载气密闭蒸发器装置

- 1—玻璃缸(φ250 mm);
- 2—烧杯(500 mL);
- 3—电炉;
- 4—石墨板;
- 5—聚四氟乙烯坩埚;
- 6—烧杯(1 000 mL);
- 7—红外灯;
- 8—洗气瓶;
- 9—洗气瓶;
- 10—自来水泵。

1.5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

1.6 操作步骤

1.6.1 试料

按表 1 称取试样(1.5),精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量及稀释倍数

硅的质量分数/%	试料量/g	稀释倍数(n)/倍
0.000 1~0.000 8	1.000	1
>0.000 8~0.005 0	0.200	1
>0.005 0~0.025	0.400	10

1.6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

1.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

1.6.4 试液制备

1.6.4.1 硅的质量分数在 0.000 1%~0.005 0%

将试料(1.6.1)置于 30 mL 聚四氟乙烯坩埚中,缓慢加入 10 mL 硝酸(1.3.4),冷溶,待剧烈反应停止后,将坩埚移入载气密闭蒸发器中,低温(100℃~120℃)溶解,将溶液蒸发至稠浆状(空白蒸发至约 0.5 mL),取出稍冷。加入 10 mL 水溶解盐类。

1.6.4.2 硅的质量分数在 $>0.005\ 0\%$ ~ $0.025\%$ 

将试液(1.6.4.1)定容于100 mL容量瓶中,分取10.00 mL于另一个30 mL聚四氟乙烯坩埚中。

## 1.6.5 显色

1.6.5.1 向试液(1.6.4.1或1.6.4.2)中加入0.2 mL(约4滴)氢氟酸(1.3.6),用塑料棒搅匀,置于有机玻璃防尘盒中,于 $50^{\circ}\text{C}$ 的水浴中放置30 min。取出坩埚,加入5 mL硫酸铝钾溶液(1.3.8),搅匀,置于有机玻璃防尘盒中,放置15 min。加入2.5 mL钼酸铵溶液(1.3.9),搅匀,用硝酸(1.3.5)和氨水(1.3.7)调至 $\text{pH}1.0\sim\text{pH}1.5$ (用 $\text{pH}0.5\sim\text{pH}5.0$ 的精密试纸检查),放置15 min。

1.6.5.2 将试液移入60 mL分液漏斗中,分别用4 mL柠檬酸溶液(1.3.10)和3 mL硫酸(1.3.3)洗涤坩埚并移入分液漏斗中,用少量水洗涤坩埚,使水相体积约为27 mL。

1.6.5.3 加入13 mL正丁醇(1.3.1),振荡1 min,静置分层,弃去水相。向有机相中加入5 mL洗涤液(1.3.13),振荡30 s,静置分层后弃去水相。重复此操作1次。

1.6.5.4 向有机相中加入3 mL硫酸联胺溶液(1.3.11)、0.1 mL氯化亚锡溶液(1.3.12),振荡30 s,静置分层后弃去水相。将有机相移入15 mL干燥的比色管中,加入1 mL无水乙醇(1.3.2),用正丁醇(1.3.1)稀释至刻度,混匀。

## 1.6.6 测定

将部分溶液移入2 cm吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长630 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的硅的质量。

## 1.6.7 工作曲线的绘制

1.6.7.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL硅标准溶液(1.3.15),分别置于一组30 mL聚四氟乙烯坩埚中,加水至10 mL。以下按1.6.4~1.6.5操作步骤进行。

1.6.7.2 将部分溶液移入2 cm吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长630 nm处测量吸光度,以硅的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 1.7 分析结果的计算

按式(1)计算硅的质量分数 $w(\text{Si})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{m_1 \cdot n \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的硅的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样的质量,单位为克(g);

$n$ ——稀释倍数。

所得结果表示至小数点后第三位。若硅的质量分数小于 $0.010\%$ 时,表示至小数点后第四位。

## 1.8 精密度

## 1.8.1 重复性

在重复条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表2给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按表2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限

硅的质量分数/%	0.000 3	0.005 2	0.025
重复性限( $r$ )/%	0.000 2	0.001 0	0.003
注:重复性限( $r$ )为 $2.83 S$ , $S$ 为重复性标准偏差。			

## 1.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表3给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得:

表3 再现性限

硅的质量分数/%	0.000 3	0.005 2	0.025
再现性限(R)/%	0.000 3	0.001 8	0.004
注:再现性限(R)为 $2.83 S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。			

## 1.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 2 方法二 钼蓝分光光度法

## 2.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中硅含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中硅含量的测定。测定范围: $>0.025\%$ ~ $0.40\%$ 。

## 2.2 方法原理

试样用硝酸和氢氟酸溶解,加尿素破坏氮的氧化物,硼酸络合过量的氟离子。于弱酸性溶液中,硅酸与钼酸铵形成硅钼酸,提高酸度后,用硫脲还原为钼蓝。于分光光度计波长 $810\text{ nm}$ 处测量吸光度。

## 2.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 2.3.1 纯铜(硅的质量分数不大于 $0.000 5\%$ )。
- 2.3.2 氢氟酸( $\rho=1.13\text{ g/mL}$ )优级纯。
- 2.3.3 硫酸(2+7)。
- 2.3.4 硝酸(1+1)。
- 2.3.5 尿素溶液( $100\text{ g/L}$ ),贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.3.6 硼酸溶液( $50\text{ g/L}$ ),贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.3.7 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液( $50\text{ g/L}$ ),贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.3.8 硫脲溶液( $100\text{ g/L}$ )。
- 2.3.9 高锰酸钾溶液( $50\text{ g/L}$ )。
- 2.3.10 亚硝酸钠溶液( $100\text{ g/L}$ )。
- 2.3.11 硅标准贮存溶液:称取 $0.427 9\text{ g}$ 预先经 $1\ 000^\circ\text{C}$ 灼烧并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(优级纯),置于预先加入 $3\text{ g}$ 无水碳酸钠的铂坩锅中,覆盖 $1\text{ g}\sim 2\text{ g}$ 无水碳酸钠,先于低温处加热,再于 $950^\circ\text{C}$ 熔融至透明,继续熔融 $3\text{ min}$ ,用水浸出于聚乙烯烧杯中,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 $1\text{ mL}$ 含 $200\text{ }\mu\text{g}$ 硅。
- 2.3.12 硅标准溶液:移取 $10.00\text{ mL}$ 硅标准贮存溶液(2.3.11)置于 $200\text{ mL}$ 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 $1\text{ mL}$ 含 $10\text{ }\mu\text{g}$ 硅。

## 2.4 仪器

分光光度计。

## 2.5 试样

厚度不大于 $1\text{ mm}$ 的碎屑。

## 2.6 分析步骤

## 2.6.1 试料

按表4称取试样(2.5),精确至0.0001g。

表4 试料量

硅的质量分数/%	试料量/g
>0.025~0.10	0.400
>0.10~0.20	0.200
>0.20~0.40	0.100

## 2.6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 2.6.3 空白试验

称取与试料量相同的纯铜(2.3.1),随同试料(2.6.1)做空白试验。

## 2.6.4 测量

2.6.4.1 将试料(2.6.1)置于200 mL聚乙烯烧杯中,加入5滴氢氟酸(2.3.2),12 mL硝酸(2.3.4),于温水浴中使其溶解。[如分析含铬试样,滴加高锰酸钾溶液(2.3.9)至溶液为红色,并过量20滴,置于沸水浴中加热10 min~15 min,滴加亚硝酸钠溶液(2.3.10)使褐色沉淀溶解]。加入10 mL尿素溶液(2.3.5),摇动使氧化氮分解,加入30 mL硼酸溶液(2.3.6),移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入原聚乙烯烧杯中。

2.6.4.2 移取10.00 mL溶液(2.6.4.1)置于200 mL聚乙烯烧杯中,加入25 mL水,5 mL钼酸铵溶液(2.3.7),摇匀,在20°C~35°C放置15 min。加入20 mL硫酸(2.3.3),立即边摇动边加入20 mL硫脲溶液(2.3.8),移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。放置5 min。

2.6.4.3 将部分溶液移入2 cm吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长810 nm处测量吸光度,从工作曲线上查出相应的硅的质量。

## 2.6.5 工作曲线的绘制

2.6.5.1 称取0.400 g纯铜(2.3.1),置于200 mL聚乙烯烧杯中,以下按2.6.4.1条“加入5滴氢氟酸”起进行。

2.6.5.2 移取10.00 mL溶液(2.6.5.1)6份,置于一组200 mL聚乙烯烧杯中,分别加入0 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL硅标准溶液(2.3.12),加水至35 mL。以下按2.6.4.2条“加入5 mL钼酸铵溶液”起进行。

2.6.5.3 将部分溶液移入2 cm吸收皿中,以补偿溶液为参比,于分光光度计波长810 nm处测量吸光度,以硅的质量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 2.7 分析结果的计算

按式(2)计算硅的质量分数 $w(\text{Si})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得硅的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第二位。若硅的质量分数小于0.10%时,表示至小数点后第三位。



## 2.8 精密度

## 2.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 5 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 5 数据采用线性内插法求得:

表 5 重复性限

硅的质量分数/%	0.026	0.130	0.350
重复性限( $r$ )/%	0.002	0.018	0.025
注:重复性限( $r$ )为 $2.83 S_r$ , $S_r$ 为重复性标准偏差。			

## 2.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 6 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 6 数据采用线性内插法求得:

表 6 再现性限

硅的质量分数/%	0.026	0.130	0.350
再现性限( $R$ )/%	0.007	0.020	0.030
注:再现性限( $R$ )为 $2.83 S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。			

## 2.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 3 方法三 重量法

## 3.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中硅含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中硅含量的测定。测定范围: $>0.40\% \sim 5.00\%$ 。

## 3.2 方法原理

试料用混合酸溶解,酸不溶物用无水碳酸钠熔融、加盐酸反复蒸干使硅酸脱水,过滤,灼烧成二氧化硅。用硫酸及氢氟酸处理,使硅生成四氟化硅挥发除去,由除硅前和除硅后的质量差计算硅的质量分数。

## 3.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

## 3.3.1 无水碳酸钠。

3.3.2 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。3.3.3 氢氟酸( $\rho 1.13 \text{ g/mL}$ )。

## 3.3.4 盐酸(5+95)。

## 3.3.5 硫酸(1+1)。

3.3.6 混合酸:1 单位体积硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )与 2 单位体积盐酸(3.3.2)混匀。

## 3.4 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 3.5 分析步骤

## 3.5.1 试料

按表 7 称取试样(3.4),精确至 0.000 1 g。

表 7 试料量、加水量、加混合酸量

硅的质量分数/%	试料量/g	加水量/mL	加混合酸量/mL
>0.40~2.00	3.000	25	25
>2.00~5.00	1.000	15	15

### 3.5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 3.5.4 测定

3.5.4.1 将试料(3.5.1)置于 200 mL 烧杯中,按表 7 加入水及混合酸,于室温下使试料完全溶解,如作用缓慢可稍微加热。

3.5.4.2 用中速定量滤纸加少量定量滤纸浆过滤,滤液收集于 300 mL 烧杯中,以热盐酸(3.3.4)洗净烧杯并洗涤至沉淀无铜离子的颜色,再洗涤 5 次,保留滤纸。如有黑色不溶物时,应按附录 A 进行处理。

3.5.4.3 将盛滤液的烧杯边沿挂上玻璃钩,盖上表皿,于低温处蒸发至干,冷却。加入 10 mL 盐酸(3.3.2)蒸发至干,再加入 10 mL 盐酸(3.3.2)蒸发至干。加入 10 mL 盐酸(3.3.2),放置 3 min~5 min,以水洗涤表皿和杯壁,加入 70 mL~80 mL 热水,搅拌使盐类溶解。

3.5.4.4 立即用(3.5.4.2)保留的滤纸及纸浆过滤,用擦棒将粘附在杯壁上的沉淀仔细擦下,以热盐酸(3.3.4)洗净烧杯并洗涤至沉淀无铜离子的颜色,再洗涤 5 次,再以热水洗涤 3 次。保留沉淀。

3.5.4.5 将滤液及洗液移入原烧杯中,以下按 3.5.4.3~3.5.4.4 条进行,过滤时使用中速定量滤纸加少量定量滤纸纸浆。

3.5.4.6 将两次所得的沉淀连同滤纸及纸浆置于铂坩埚中,灰化,置于 500℃~600℃ 的高温炉中,继续升温至 1 000℃~1 050℃,灼烧 30 min。取出稍冷,置于干燥器中,冷至室温后称量,并重复灼烧至恒量。

3.5.4.7 沿铂坩埚内壁加几滴水,3 滴硫酸(3.3.5)、2 mL~4 mL 氢氟酸(3.3.3),小心地加热至硫酸烟冒尽。将铂坩埚置于 1 000℃~1 050℃ 的高温炉中灼烧 25 min。取出稍冷,置于干燥器中,冷至室温后称量,并重复灼烧至恒量。

### 3.6 分析结果的计算

按式(3)计算硅的质量分数  $w(\text{Si})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——氢氟酸处理前铂坩埚与沉淀的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——氢氟酸处理后铂坩埚与沉淀的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——氢氟酸处理前铂坩埚与试料空白沉淀的质量,单位为克(g);

$m_4$ ——氢氟酸处理后铂坩埚与试料空白沉淀的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

0.4674——二氧化硅换算为硅的换算因数。

所得结果表示至小数点后第二位。

### 3.7 精密度

#### 3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 8 给出的平均值范围内,两个测试结果

的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按表8数据采用线性内插法求得:

表8 重复性限

硅的质量分数/%	0.63	2.98	4.89
重复性限( $r$ )/%	0.03	0.07	0.08
注:重复性限( $r$ )为 $2.83 S_r$ , $S_r$ 为重复性标准偏差。			

### 3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表9给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过5%,再现性限( $R$ )按表9数据采用线性内插法求得:

表9 再现性限

硅的质量分数/%	0.63	2.98	4.89
再现性限( $R$ )/%	0.04	0.08	0.10
注:再现性限( $R$ )为 $2.83 S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。			

### 3.8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 附 录 A

(规范性附录)

## 酸不溶物的处理方法

- A.1 将分析步骤 3.5.4.2 条中所得黑色酸不溶物连同滤纸及纸浆置于坩埚中,灰化,于 800℃~900℃ 的高温炉中灼烧至炭完全除去,取出冷却。
- A.2 将酸不溶物移入干燥的并预先加入 0.5 g 无水碳酸钠(3.3.1)的铂坩埚中,再加入 1.5 g 无水碳酸钠(3.3.1)。将铂坩埚置于 700℃~800℃ 的高温炉中,继续升温至 950℃~1 000℃ 熔融 10 min,取出冷却。
- A.3 熔融物用 20 mL 热水浸出于 200 mL 烧杯中,取出并洗涤铂坩埚,在摇动下向烧杯中缓慢加入 10 mL 盐酸(3.3.2),沿铂坩埚内壁滴加少量盐酸(3.3.2)加热使残留物完全溶解,合并入主液中,煮沸使盐类完全溶解,将此溶液与分析步骤 3.5.4.2 条所得滤液合并,以下按分析步骤 3.5.4.3 条进行。
- A.4 用中速定量滤纸加少量定量滤纸浆过滤,用擦棒将粘附在杯壁上的沉淀仔细擦下,以热盐酸(3.3.4)洗净烧杯,并洗涤至沉淀无铜离子的颜色,再洗涤 5 次,再以热水洗涤 3 次。保留沉淀。
- A.5 将滤液及洗液移入原烧杯中,以下按 3.5.4.3~3.5.4.4 进行,过滤时使用中速定量滤纸加少量定量滤纸浆,以下再按 3.5.4.6~3.5.4.7 进行。
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铜及铜合金化学分析方法  
第 23 部分：硅含量的测定  
GB/T 5121.23—2008

\*

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

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

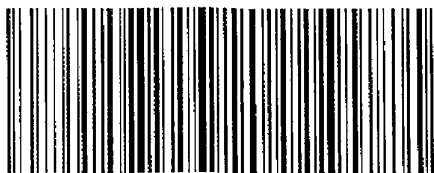
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字  
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-33023 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



GB/T 5121.23—2008