

中华人民共和国国家标准

稀土金属及其氧化物化学分析方法 钼蓝分光光度法测定酸溶硅量

GB/T 12690.23-90

Rare-earth metals and their oxides—Determination of acid soluble silicon oxide
—Molybdenum blue spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定方法。

本标准适用于稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定,测定范围:0.001%~0.20%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
- GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试样用盐酸或硝酸溶解,在0.06~0.12 mol/L的硫酸介质中,硅与钼酸铵生成黄色的硅钼杂多酸,以草酸-硫酸混合酸分解磷、砷杂多酸,抗坏血酸还原硅钼杂多酸为蓝色低价络合物,于分光光度计波长800 nm处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。
- 4.2 过氧化氢(30%)。
- 4.3 盐酸(1+2),优级纯。
- 4.4 硫酸(1+5),优级纯。
- 4.5 氨水(1+3),超纯。
- 4.6 抗坏血酸(50 g/L),用时配制。
- 4.7 草酸-硫酸混合酸:称取1.0 g草酸(优级纯)溶于100 mL硫酸(4.4)中。
- 4.8 钼酸铵溶液(50 g/L),优级纯。贮于塑料瓶中。
- 4.9 高纯水。
- 4.10 硅标准贮存溶液:称取0.500 0 g预先在120℃烘2h并在干燥器中冷却至室温的二氧化硅(光谱纯),置于铂坩埚中,加入5 g无水碳酸钠(优级纯),于950~1 000℃熔融到红色透明。稍冷后用热水(4.9)浸出,加热至溶解完全,冷却至室温,移入500 mL容量瓶中,用水(4.9)稀释至刻度,混匀。立即移入塑料瓶中,此溶液1 mL含1 mg二氧化硅。
- 4.11 硅标准溶液:移取10.00 mL硅标准贮存溶液(4.10)于1 000 mL容量瓶中,用水(4.9)稀释至刻度,混匀。立即移入塑料瓶中,此溶液1 mL含10 μ g二氧化硅。

国家技术监督局1990-12-30批准

1992-01-01实施

4.12 对硝基酚指示剂溶液(1 g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.2 试料

按表1称取试料(氧化物试样需经850℃预灼烧2 h,金属试样需去掉表面氧化层),精确至0.000 1 g

表 1

二氧化硅含量 %	试料 g	除二氧化铈外 的试料	二氧化铈试料			试液总体积 mL	移取试液体积 mL
		加盐酸(4.3)体积 mL	加硝酸(4.1)体积 mL	加过氧化氢体积 mL			
0.001 0~0.002 0	1.000 0	10	7	4	50.00	10.00	
>0.002 0~0.005 0	0.500 0	5	5	3	50.00	10.00	
>0.005 0~0.030	0.200 0	5	5	2	50.00	10.00	
>0.030~0.060	0.200 0	5	5	2	50.00	5.00	
>0.060~0.20	0.200 0	5	5	2	50.00	2.00	

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的溶解

6.4.1.1 将非二氧化铈试料(6.2)置于100 mL塑料杯中,按表1加入盐酸(4.3),于水浴中加热至溶解完全,冷却至室温,移入50 mL容量瓶中,以水(4.9)稀释至刻度,混匀。

6.4.1.2 将二氧化铈试料(6.2)置于100 mL塑料杯中,按表1加入硝酸(4.1)和过氧化氢(4.2),于室温下放置5 min。于沸水浴中加热至溶解完全并蒸至溶液呈黄色,不再有小气泡出现。冷却至室温,移入50 mL容量瓶中,以水(4.9)稀释至刻度,混匀。

6.4.2 溶液酸度的调节

6.4.2.1 按表1移取试料量为0.500 0~1.000 0 g的试料溶液(6.4.1)于100 mL塑料杯中,边摇边滴加氨水(4.5)至沉淀刚出现,并用精密pH试纸测试其pH值约为3。

6.4.2.2 按表1移取相当于试料量为0.200 0 g的试料溶液(6.4.1)于100 mL烧杯中[不足10 mL时补加水(4.9)至10 mL],加1滴对硝基酚指示剂(4.12),以氨水(4.5)调至溶液呈黄色,再以硫酸(4.4)调至黄色刚消失,用精密pH试纸测其pH值约为3。

6.4.3 加0.4 mL硫酸(4.4),混匀。加2.5 mL钼酸铵溶液(4.8),混匀。在不低于20℃的室温下放置10 min(或于沸水浴中放置30 s,快速冷却至室温),加5 mL草酸-硫酸混合酸(4.7),混匀。移入25 mL比色管中,加2.5 mL抗坏血酸(4.6),以水(4.9)稀释至刻度,混匀,放置10 min。

6.4.4 移取部分溶液(6.4.3)于3 cm比色皿中,以试料空白溶液为参比(有色稀上离子试料应换用含有与被测溶液等浓度试料的空白作参比)。于分光光度计波长800 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的二氧化硅量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50 mL 硅标溶液(4.11)于分别置于—组25mL 比色管中,以水(4.9)稀至10 mL,以下按6.4.3条进行。

6.5.2 移取部分试液(6.5.1)于3 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长800 nm 处测量其吸光度。以二氧化硅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

7.1 按式(1)计算稀土金属中硅的百分含量:

$$Si(\%) = \frac{0.4675 \times m_1 \times V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: 0.4675——二氧化硅量换算成硅量的系数;
 m_1 ——自工作曲线上查得的二氧化硅量, μg ;
 V ——试液总体积, mL;
 V_1 ——移取试液体积, mL;
 m ——试料的质量, g。

7.2 按式(2)计算稀土氧化物中氧化硅的百分含量:

$$SiO_2(\%) = Si\% \times 2.139 \dots\dots\dots(2)$$

式中: $Si\%$ ——由7.1条求得的硅的百分含量;
 2.139 ——由硅量换算成二氧化硅量的系数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2 %

二 氧 化 硅 含 量	允 许 差
0.001 0~0.004 0	0.000 5
>0.004 0~0.008 0	0.001 0
>0.008 0~0.020 0	0.002 0
>0.020~0.040	0.004
>0.040~0.080	0.008
>0.080~0.120	0.012
>0.12~0.20	0.015

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。
 本标准由北京有色金属研究总院、包头稀土研究院负责起草。
 本标准由上海跃龙有色金属有限公司起草。
 本标准主要起草人忻明龙、陆世鑫。
 自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 1509—77《稀土产品化学分析方法》作废。