

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.3—2008  
代替 YS/T 568.3—2006

---

## 氧化锆、氧化铪化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide  
—Determination of silicon content  
—Spectrophotometric method with the reduced silicomolybdic complex

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

---

国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法；
- 第 2 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 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 5 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法；
- 第 7 部分：磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 11 部分：镍量的测定  $\alpha$ -联吡啶甲酰二肼分光光度法。

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 568.3—2006《氧化锆、氧化铪中硅量的测定》(原 GB/T 2590.3—1981)。

本部分与 YS/T 568.3—2006 相比主要变化如下：

- 增加了“7.1 重复性”条款。
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：张卓、童坚、胡振平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.3—1981、YS/T 568.3—2006。

# 氧化锆、氧化钪化学分析方法

## 硅量的测定

### 钼蓝分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中硅含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中硅含量的测定。测定范围:0.005%~0.7%。

#### 2 方法提要

试样以氢氟酸于高压溶样装置中溶解,加入硼酸、钼酸铵后,调节溶液 pH 为 1~1.5,使硅形成硅钼黄,加入柠檬酸消除磷、砷的干扰,用 1-2-4 酸将硅钼黄还原为硅钼蓝,于分光光度计波长 700 nm 处,测其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 硼酸,优级纯。

3.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL),优级纯。

3.3 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL),优级纯。

3.4 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL),优级纯。

3.5 钼酸铵溶液(100 g/L),优级纯。

3.6 柠檬酸溶液(200 g/L),优级纯。

3.7 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液(1-2-4 酸):称取 0.05 g 1-2-4 酸,溶于 100 mL 100 g/L 亚硫酸钠溶液中,用时现配。

3.8 硅标准贮存溶液:

称取 2.139 3 g 纯二氧化硅[ $w(\text{Si}) > 99.9\%$ ],置于铂坩埚中,加入 10 g 碳酸钠与碳酸钾的混合熔剂(2+1),拌匀,在喷灯上熔融到坩埚内容物全部熔化,继续熔融 10 min。冷却,用热水浸出,加热到溶液澄清。冷却,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。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 25.00 mL 硅标准贮存溶液(3.8),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  硅。

#### 4 仪器

分光光度计;

高压溶样装置。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。