

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 601.5—2008
代替 XB/T 601.6—1993

六硼化镧化学分析方法 酸溶硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

**Chemical analysis methods of lanthanum boride—
Determination of acid dissolving silicon content—
Silicon molybdenum blue spectral luminosity method**

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准分为以下 5 个部分：

XB/T 601.1—2008 六硼化镧化学分析方法 硼量的测定 酸碱滴定法

XB/T 601.2—2008 六硼化镧化学分析方法 铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.3—2008 六硼化镧化学分析方法 钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.4—2008 六硼化镧化学分析方法 碳量的测定 高频感应燃烧红外线吸收法

XB/T 601.5—2008 六硼化镧化学分析方法 酸溶硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

本部分为第 5 部分。本部分是对 XB/T 601.6—1993《六硼化镧化学分析方法 硅钼蓝分光光度法测定酸溶硅量》的修订。与 XB/T 601.6—1993 相比主要变化如下：

——对标准文本进行了编辑性修改；

——增加了精密度(重复性)条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分由湖南稀土金属材料研究院负责起草。

本部分由包头稀土研究院、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人：刘荣丽、翁国庆、崔益新。

本部分参加起草人：高励珍、张立锋、陈云红、杨萍。

本标准所代替的历次标准版本发布情况为：

——XB/T 601.6—1993。

六硼化钼化学分析方法

酸溶硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了六硼化钼中酸溶硅含量的测定方法。

本部分适用于六硼化钼中酸溶硅含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.10%。

2 方法原理

试料经稀硝酸分解,在 0.1 mol/L 硫酸介质中,正硅酸与钼酸铵生成黄色的硅钼杂多酸,提高硫酸浓度至 1.2 mol/L 以消除磷、砷的干扰,用抗坏血酸将硅钼黄还原成硅钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处测定吸光度。用工作曲线查得硅含量。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1),优级纯。

3.2 盐酸(1+1),优级纯。

3.3 硫酸(1+1),优级纯。

3.4 硫酸(1+17),优级纯,贮于塑料瓶中。

3.5 氨水(1+1),超纯,贮于塑料瓶中。

3.6 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(50 g/L),贮于塑料瓶中。

3.7 抗坏血酸溶液(30 g/L),用时配制。

3.8 硅标准贮存溶液:称取 0.213 9 g 预先经 950℃ 灼烧 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的光谱纯二氧化硅于铂坩埚中,加 5 g 无水碳酸钠(优级纯),于 1 000℃ 熔融至透明。冷却后用热水浸出,加热溶清,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮于塑料瓶中,此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

3.9 硅标准溶液:移取 50.0 mL 硅标准贮存溶液(3.8)置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

3.10 对硝基苯酚溶液(1 g/L)。

4 仪器和器皿

4.1 分光光度计。

4.2 聚四氟乙烯烧杯,容量为 100 mL。

5 试样

试样混匀经 105℃~110℃ 烘干 1 h,在干燥器中冷却至室温立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确到 0.000 1 g。