



# 中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 616.5—2012

---

## 钆铁合金化学分析方法 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of gadolinium ferroalloy—  
Part 5: Determination of silicon content—  
Molybdenum blue spectrophotometry

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

XB/T 616—2012《轧铁合金化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：稀土杂质量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法。

本部分为 XB/T 616 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位：赣州有色冶金研究所。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：包头稀土研究院、赣州有色冶金研究所、江苏天瑞仪器股份有限公司、赣州虔东稀土集团股份有限公司、广东珠江稀土有限公司。

本部分主要起草人：杨萍、陈云红、于亚辉、黎英、梁志杰、姚南红、崔爱端、刘鸿、邓汉芹、陈婕、朱霓、蔡华者、刘芳、艾明、邓建明。

# 钆铁合金化学分析方法

## 第5部分:硅量的测定

### 硅钼蓝分光光度法

#### 1 范围

XB/T 616 的本部分规定了钆铁合金中硅量的测定方法。

本部分适用于钆铁合金中硅量的测定。测定范围:0.010%~0.20%。

#### 2 方法原理

试样以稀酸溶解,在稀酸介质中,硅与钼酸铵形成硅钼杂多酸,在硫酸和草酸介质中分解磷,砷杂多酸,用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 处测定吸光度,以标准曲线法求得相应的硅量。

#### 3 试剂和材料

3.1 混合酸:将 180 mL 盐酸(优级纯)和 60 mL 硝酸(优级纯)用水稀释至 1 000 mL。

3.2 氨水(1+1),优级纯。

3.3 硫酸(1+5),优级纯。

3.4 草酸-硫酸混合酸:1 g 草酸溶于 100 mL 硫酸(3.3)中。

3.5 钼酸铵溶液(50 g/L)。

3.6 抗坏血酸(10 g/L)。

3.7 硅标准贮存液:称取 0.107 0 g 二氧化硅( $w_{\text{SiO}_2} > 99.9\%$ , 120 °C 烘 2 h 冷却至室温),置于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠(优级纯),于 950 °C~1 000 °C 熔融至红色透明。稍冷后用热水浸出,冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。立即转移到塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  硅。

3.8 硅标准溶液:移取硅标准贮存溶液(3.7)10 mL 于 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  硅。

3.9 对硝基酚溶液(1 g/L)。

#### 4 仪器

分光光度计。

#### 5 试样

金属试样应去掉表面氧化层,取样后立即称量。