



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.7—2003

---

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods for  
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides  
—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

2003-11-18 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
稀土金属及其氧化物中非稀土杂质  
化学分析方法  
硅量的测定  
钼蓝分光光度法

GB/T 12690.7—2003

\*

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

<http://www.bzeps.com>

电话:63787337、63787447

2004年5月第一版 2004年11月电子版制作

\*

书号: 155066·1-20746

如有排版错误 由本社负责解决

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准是对 GB/T 8762.3—1988、GB/T 11074.5—1989、GB/T 12690.22~12690.23—1990 合并修订。修订后的标准规范了标准格式并增加了重复性试验。

本标准由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口。

本标准由包头稀土研究院起草。

本标准主要起草人：郝茜、王延珍。

本标准由全国稀土标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8762.3—1988、GB/T 11074.5—1989、GB/T 12690.22~12690.23—1990。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

## 1 范围

本部分规定了稀土氧化物中二氧化硅含量的测定方法。

本部分规定了稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中硅含量的测定。测定范围(质量分数):0.001 0%~0.20%。

## 2 方法原理

测定稀土氧化物中二氧化硅含量时,试料用无水碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸出;测定稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量时,试料用盐酸或硝酸溶解。在 0.12 mol/L~0.25 mol/L 的盐酸介质中,硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸,用草-硫混酸分解磷、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 处测量其吸光度。

## 3 试剂

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+1),优级纯。

3.3 盐酸(1+2),优级纯。

3.4 硫酸(1+5),优级纯。

3.5 氨水(1+3),超纯。

3.6 抗坏血酸(10 g/L),用时配制。

3.7 草-硫混酸:1.0 g 草酸(优级纯)溶于 100 mL 硫酸(3.4)中。

3.8 钼酸铵(50 g/L):优级纯。

3.9 对硝基酚溶液(1 g/L)。

3.10 高纯水。

3.11 混合熔剂:称取 2 g 无水碳酸钠加 1 g 硼酸,研匀。

3.12 硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 二氧化硅( $\text{SiO}_2$ ,纯度 $>99.9\%$ ,120℃烘干 2 h),置于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠(优级纯),于 950℃~1000℃熔融至红色透明。稍冷后用热水(3.10)浸出,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,用水(3.10)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 二氧化硅。

3.13 硅标准溶液:移取 5.00 mL 硅标准贮存溶液(3.12)置于 1 000 mL 容量瓶中,用水(3.10)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  二氧化硅。

注:以上液体试剂均保存于塑料瓶中。

## 4 仪器

分光光度计。

## 5 试样

5.1 氧化物试样于 900℃灼烧 1 h,冷却后称量。