



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.4—2009

草酸钴化学分析方法 第4部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of cobalt oxalate—
Part 4: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2009-01-15 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 23273《草酸钴化学分析方法》共 8 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法
 - 第 2 部分：铅量的测定 电热原子吸收光谱法
 - 第 3 部分：砷量的测定 氢化物发生—原子荧光光谱法
 - 第 4 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法
 - 第 5 部分：钙、镁、钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
 - 第 6 部分：氯离子量的测定 离子选择性电极法
 - 第 7 部分：硫酸根离子量的测定 燃烧-碘量法
 - 第 8 部分：镍、铜、铁、锌、铝、锰、铅、砷、钙、镁、钠量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 本部分为第 4 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分主要起草人：张发志、于乾勇、杨秀萍、董丽萍、张继红、林秀英、张毅、高颖剑。

草酸钴化学分析方法

第 4 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 23273 的本部分规定了草酸钴中硅量的测定方法。

本部分适用于草酸钴中硅量的测定。测定范围：0.001%~0.01%。

2 方法提要

试料用高氯酸溶解并蒸至近干，其中不溶性硅加入氢氟酸溶解。在 pH1.0~pH1.5 时，硅与钼酸铵形成钼黄杂多酸，于硫酸介质中用正丁醇萃取，有机相用硫酸联胺和氯化亚锡还原成钼蓝，于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

所用试剂除有特殊要求外其余均为优级纯，制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水，试剂配制后均贮存于塑料瓶中。

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.3 硫酸(1+3)。

3.4 硫酸(7+93)。

3.5 氢氟酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 硼酸饱和溶液。

3.8 钼酸铵溶液(100 g/L)：称取 10 g 高纯钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 80 mL 热水中，冷却，用水稀释至 100 mL，混匀，过滤后使用。

3.9 柠檬酸溶液(500 g/L)。

3.10 硫酸联胺溶液(2.5 g/L)，用硫酸(1.5+98.5)配制。

3.11 氯化亚锡(100 g/L)：称取 10 g 优级纯氯化亚锡溶于 100 mL 盐酸(3.6)中，混匀，现用现配。

3.12 氨水，用饱和法精制。

3.13 正丁醇，分析纯。

3.14 硅标准贮存溶液：称取 0.214 2 g 二氧化硅(二氧化硅质量分数 $\geq 99.9\%$)于铂金坩埚中，加入 5 g 优级纯无水碳酸钠，混匀，加盖，置于 400 °C 的马弗炉中，升温至 900 °C，熔融 1 h，取出，用水洗净坩埚外壁，置于盛有 100 mL 热水的聚四氟乙烯杯中，低温溶解，取下，冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

3.15 硅标准溶液：移取 50.00 mL 硅标准贮存溶液(3.14)于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

4 仪器

分光光度计。