



中华人民共和国国家标准

GB/T 23273.4—2009

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

中华人民共和国
国家标准
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
GB/T 23273.4—2009

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

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

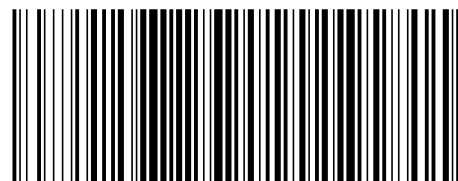
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

书号：155066·1-37021 定价 14.00元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 23273.4—2009

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

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.250 g 试样(m_0),精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中,加入 3 mL 高氯酸(3.2),加盖坩埚盖,加热溶解,将溶液蒸至近干,取下冷却。

5.3.2 加水至 10 mL 左右,加入 0.3 mL~0.5 mL 氢氟酸(3.5),混匀,放置 30 min。

5.3.3 加入 8 mL 硼酸饱和溶液(3.7),摇匀,放置 15 min。

5.3.4 用氨水(3.12)或硫酸(3.3)调节 pH 值至 1.0~1.5,加 5.0 mL 钼酸铵(3.8),混匀,在 20 °C~30 °C,放置 15 min。

5.3.5 加 5.0 mL 柠檬酸(3.9),用塑料棒搅匀。

5.3.6 将溶液移入 125 mL 分液漏斗中,用 15 mL 硫酸(3.3)冲洗坩埚并移入分液漏斗中,加入 14 mL 水,摇匀,加入 25.00 mL 正丁醇(3.13),振荡 1 min,静置分层,弃去水相。

5.3.7 向有机相中加入 15 mL 硫酸(3.4),振荡 30 s,静置分层后弃去水相,重复此操作一次。

5.3.8 向分液漏斗中加入 5 mL 硫酸联胺(3.10),0.5 mL 氯化亚锡(3.11),振荡 30 s,静置分层后弃去水相,有机相移入 25 mL 干燥的比色管中,加入少许无水硫酸钠,静置澄清。

5.3.9 移取部分溶液(5.3.8)于 1 cm 比色皿中,以随同试样的空白溶液为参比,于分光光度计波长 630 nm 处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量(m_1)。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 硅标准溶液(3.15)分别置于一组 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中,以下按 5.3.2~5.3.8 进行。

5.4.2 移取部分溶液(5.4.1)于 1 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 630 nm 处测量吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算硅的质量分数 w_{Si} ,数值以 % 表示:

$$w_{Si} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查出的硅量,单位为微克(μg);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

结果保留两位有效数字。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

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。