



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.7—2021

代替 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 第 7 部分：硅量的测定

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare earth metals and
their oxides—Part 7: Determination of silicon content

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》的第 7 部分。GB/T 12690 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法；
- 第 2 部分：稀土氧化物中灼减量的测定 重量法；
- 第 3 部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法；
- 第 4 部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法；
- 第 5 部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定；
- 第 6 部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：硅量的测定；
- 第 8 部分：钠量的测定；
- 第 9 部分：氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 10 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法和电感耦合等离子体质谱法；
- 第 13 部分：钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法；
- 第 14 部分：钛量的测定；
- 第 15 部分：钙量的测定；
- 第 16 部分：氟量的测定 离子选择性电极法；
- 第 17 部分：稀土金属中铈、钽量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定；
- 第 19 部分：砷、汞量的测定。

本文件代替 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》，与 GB/T 12690.7—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了文件的适用范围(见第 1 章,2003 年版的第 1 章)；
- b) 增加了“规范性引用文件”“术语和定义”两章(见第 2 章、第 3 章)；
- c) 更改了钼蓝分光光度法原理(见 4.1,2003 年版的第 2 章)；
- d) 更改了钼蓝分光光度法中水和二氧化硅标准贮存溶液的要求(见 4.2 的引导语、4.2.10,2003 年版的 3.10、3.12)；
- e) 删除了钼蓝分光光度法中盐酸的要求(见 2003 年版的 3.3)；
- f) 更改了钼蓝分光光度法中仪器设备的要求(见 4.3,2003 年版的第 4 章)；
- g) 更改了钼蓝分光光度法中稀土氧化物样品前处理的要求(见 4.4.1,2003 年版的 5.1)；
- h) 增加了钼蓝分光光度法中试料的称取、定容及分取要求(见表 1、表 2)；
- i) 更改了钼蓝分光光度法中试料溶解的要求(见 4.5.4,2003 年版的 6.4.1、6.4.2、6.4.3、6.4.4)；
- j) 更改了钼蓝分光光度法中抗坏血酸溶液的浓度、用量及硅钼杂多酸形成放置时间、显色时间(见 4.5.5,2003 年版的 6.4.5)；
- k) 更改了钼蓝分光光度法中显色波长(见 4.5.6、4.5.7.2,2003 年版的 6.4.6、6.5.2)；

- l) 增加了钼蓝分光光度法中数值修约要求(见 4.6);
- m) 更改了钼蓝分光光度法中精密度的要求(见 4.7,2003 年版的第 8 章);
- n) 增加了“电感耦合等离子体原子发射光谱法”一章(见第 5 章);
- o) 删除了“质量保证和控制”一章(见 2003 年版的第 9 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本文件起草单位:包头稀土研究院、赣州有色冶金研究所、淄博加华新材料资源有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、内蒙古稀土产品质量监督检验研究院、福建省长汀金龙稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、钢研纳克检测技术股份有限公司、江苏金石稀土有限公司、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、国标(北京)检验认证有限公司。

本文件主要起草人:常诚、杜梅、周凯红、杨学正、刘晓杰、王东杰、方琦琦、刘延谟、卢美玲、杨宏博、黄洋成、王淼、胡贞贞、肖银、罗威、解一鸣、王金凤、温斌、徐思婷、陆翌欣、刘志勇、宋立军、邓楠。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- 1988 年首次发布为 GB/T 8762.3—1988,1990 年第一次修订为 GB/T 12690.22—1990;
- 2003 年第二次修订为 GB/T 12690.7—2003 时,并入了 GB/T 12690.23—1990《稀土金属及其氧化物化学分析方法 钼蓝分光光度法测定酸溶硅量》的内容(GB/T 12690.23—1990 的历次版本发布情况为:GB/T 11074.5—1989、GB/T 12690.23—1990);
- 本次为第三次修订。

引 言

在稀土产品化学成分分析领域,我国已经建立了针对稀土总量、非稀土杂质、稀土杂质等检测的较为全面的标准体系。本标准系列 GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》以原标准 GB/T 12690.12~.26—1990《稀土金属及其氧化物化学分析方法》为基础,合并了 GB/T 8762.3—1988《荧光级氧化钇中酸溶性二氧化硅量测定 钼蓝分光光度法》、GB/T 8762.4—1988《荧光级氧化钇中氧化铁、氧化铅、氧化镍和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 8762.6—1988《荧光级氧化钬中氧化铅、氧化镍、氧化铁和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 11074.3~.7—1989《氧化钐化学分析方法》等标准,最后形成对所有稀土金属及其氧化物中非稀土杂质的综合分析方法标准。经修订的方法标准引用了先进的检测方法,并基本覆盖了全部稀土金属及其稀土氧化物基体。本系列方法标准的建立为稀土金属及其氧化物中非稀土杂质含量的测定提供了快捷、准确的方法规范,具有良好的操作性。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第7部分：硅量的测定

1 范围

本文件规定了稀土氧化物中全硅含量、稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定方法。

本文件适用于稀土金属及其氧化物中硅量的测定,包含钼蓝分光光度法(方法1)和电感耦合等离子体原子发射光谱法(方法2)。钼蓝分光光度法(方法1)适用于稀土氧化物中全硅含量及稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.001 0%~0.20%;电感耦合等离子体原子发射光谱法(方法2)适用于稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.010%~0.20%。

当本文件2个方法的分析范围出现重叠时,宜首选方法1作为仲裁方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

全硅含量 full silicon content

稀土氧化物中硅元素含量。

注:以二氧化硅质量分数计。

3.2

酸溶硅含量 acid soluble silicon content

稀土金属及氧化物中可溶解于酸溶液中的硅元素含量。

注:稀土金属以硅质量分数计;稀土氧化物以二氧化硅质量分数计。

4 钼蓝分光光度法(方法1)

4.1 方法原理

测定稀土氧化物中全硅含量时,试料用无水碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀硝酸浸出;测定稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量时,试料用稀硝酸溶解。在0.12 mol/L~0.25 mol/L的酸性介质中,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络合物,于分光光度计波长830 nm处测量其吸光度。