

有色金属工业标准汇编

稀有金属及其合金化学分析方法

中国标准出版社第二编辑室 编

中国标准出版社



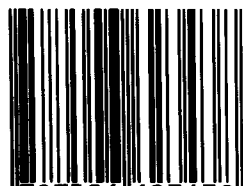
责任编辑：叶伊兵

封面设计：张晓平

责任校对：马 涛

责任印制：李京生

ISBN 7-5066-2343-9



9 787506 623438 >

ISBN 7-5066-2343-9

TF·082 定价：106.00元

有色金属工业标准汇编

稀有金属及其合金化学分析方法

中国标准出版社第二编辑室 编

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有色金属工业标准汇编. 稀有金属及其合金化学分析方法/中国标准出版社第二编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 2000. 12

ISBN 7-5066-2343-9

I. 有… II. 中… III. ①有色金属-标准-汇编-中国②稀有金属-化学分析-标准-汇编-中国③稀有金属合金-化学分析-标准-汇编-中国 IV. TG146-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2000) 第 78775 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电话: 68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 40 $\frac{1}{2}$ 字数 1 244 千字

2001 年 3 月第一版 2001 年 3 月第一次印刷

*

印数 1—2 000 定价 106.00 元

*

标目 432—03

出 版 说 明

近年来，国家质量技术监督局及有色金属行业主管部门对一大批有色金属国家标准和行业标准进行了制定或修订，为及时跟踪有色金属标准制修订的进展情况，查阅和使用最新的标准文本，我们编辑了《有色金属工业标准汇编》系列。

本册《有色金属工业标准汇编 稀有金属及其合金化学分析方法》主要收集了锆、铪、铌、钽、钨、钼、镓、钒、铍、铟等稀有金属及其合金的化学分析方法标准。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意核对)。

本汇编目录中，凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原 GB ××××—××)”的行业标准，均由国家标准转化而来，这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号，正文内容完全不变)，故本汇编中正文部分仍为原国家标准。

本汇编所包括的标准由于出版年代不同，其格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同。这次汇编时，只对原标准中技术内容上的错误以及其他方面明显不妥之处做了更正。

本汇编收集了截止到 2000 年 10 月由国家质量技术监督局和国家有色金属工业局发布的国家标准和行业标准，共 189 个。其中国家标准 166 个，行业标准 23 个。收入本汇编中的所有国家标准和行业标准都是现行的、有效的。

编 者

2000 年 11 月

目 录

GB/T 2590.1—1981	氧化锆、氧化铪中氧化锆和氧化铪含量的测定(苦杏仁酸重量法)	1
GB/T 2590.2—1981	氧化锆、氧化铪中铁量的测定(磺基水杨酸吸光光度法)	3
GB/T 2590.3—1981	氧化锆、氧化铪中硅量的测定(硅钼蓝吸光光度法)	5
GB/T 2590.4—1981	氧化锆、氧化铪中铝量的测定(铬天青 S-氯化十四烷基吡啶吸光光度法)	8
GB/T 2590.5—1981	氧化锆、氧化铪中钠量的测定(火焰原子吸收分光光度法)	10
GB/T 2590.6—1981	氧化锆、氧化铪中钛量的测定(二安替吡啶甲烷吸光光度法)	12
GB/T 2590.7—1981	氧化锆、氧化铪中磷量的测定(锍盐-抗坏血酸钼蓝吸光光度法)	14
GB/T 2590.8—1981	氧化锆中氧化铪量的测定(发射光谱法)	17
GB/T 2590.9—1981	氧化铪中氧化锆量的测定(X 射线荧光光谱法)	19
GB/T 2590.10—1981	氧化锆中锰量的测定(高碘酸钾吸光光度法)	21
GB/T 2590.11—1981	氧化锆中镍量的测定(α -联吡啶甲酰二肼吸光光度法)	23
GB/T 2592.1—1981	铈中铜量的测定(三氯甲烷萃取铜试剂吸光光度法)	25
GB/T 2592.2—1981	铈中铁量的测定(邻啡罗啉吸光光度法)	27
GB/T 2592.3—1981	铈中汞量的测定(双硫脲四氯化碳萃取吸光光度法)	29
GB/T 2592.4—1981	铈中锌量的测定(双硫脲苯萃取吸光光度法)	32
GB/T 2592.5—1981	铈中镉量的测定(双硫脲苯萃取吸光光度法)	35
GB/T 2592.6—1981	铈中铅量的测定(双硫脲苯萃取吸光光度法)	38
GB/T 2592.7—1981	铈中铝量的测定(铬天青 S 吸光光度法)	41
GB/T 2592.8—1981	铈中镉量的测定(结晶紫苯萃取吸光光度法)	43
GB/T 2592.9—1981	铈中硅量的测定(异戊醇萃取硅钼蓝吸光光度法)	45
GB/T 2592.10—1981	铈中铈量的测定(EDTA 容量法)	47
GB/T 3256.1—1982	电真空用锆粉化学分析方法 重量法测定总锆及活性锆	49
GB/T 3256.2—1982	电真空用锆粉化学分析方法 磺基水杨酸光度法测定铁	51
GB/T 3256.3—1982	电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝光度法测定硅	53
GB/T 3256.4—1982	电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝光度法测定磷	55
GB/T 3256.5—1982	电真空用锆粉化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙、镁	57
GB/T 3256.6—1982	电真空用锆粉化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝	61
GB/T 3256.7—1982	电真空用锆粉化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫	64
GB/T 3256.8—1983	电真空用锆粉化学分析方法 燃烧重量法测定氢量	68
GB/T 3825—1983	钨钼合金化学分析方法 EDTA 容量法测定钼量	72
GB/T 4324.1—1984	钨化学分析方法 方波极谱法连续测定铅、镉量	75
GB/T 4324.2—1984	钨化学分析方法 碘化钾-马钱子碱光度法测定铋量	79
GB/T 4324.3—1984	钨化学分析方法 聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮光度法测定锡量	82
GB/T 4324.4—1984	钨化学分析方法 孔雀绿光度法测定铈量	85
GB/T 4324.5—1984	钨化学分析方法 钼蓝光度法测定砷量	89
GB/T 4324.6—1984	钨化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量	92
GB/T 4324.7—1984	钨化学分析方法 钴试剂光度法测定钴量	95

GB/T 4324.8—1984	钨化学分析方法	丁二酮肟光度法测定镍量	98
GB/T 4324.9—1984	钨化学分析方法	丁二酮肟重量法测定镍量	101
GB/T 4324.10—1984	钨化学分析方法	新铜试剂光度法测定铜量	103
GB/T 4324.11—1984	钨化学分析方法	铬天青 S 光度法测定铝量	106
GB/T 4324.12—1984	钨化学分析方法	氯化-钼蓝光度法测定硅量	109
GB/T 4324.13—1984	钨化学分析方法	乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法测定钙量	113
GB/T 4324.14—1984	钨化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钙量	116
GB/T 4324.15—1984	钨化学分析方法	偶氮氯膦 I 光度法测定镁量	121
GB/T 4324.16—1984	钨化学分析方法	原子吸收分光光度法测定镁量	124
GB/T 4324.17—1984	钨化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钠量	128
GB/T 4324.18—1984	钨化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钾量	133
GB/T 4324.19—1984	钨化学分析方法	二安替比林甲烷光度法测定钛量	138
GB/T 4324.20—1984	钨化学分析方法	钼试剂光度法测定钒量	141
GB/T 4324.21—1984	钨化学分析方法	二苯基碳酰二肼光度法测定铬量	144
GB/T 4324.22—1984	钨化学分析方法	甲醛肟分光光度法测定锰量	147
GB/T 4324.23—1984	钨化学分析方法	燃烧-电导法测定硫量	150
GB/T 4324.24—1984	钨化学分析方法	铍为载带沉淀剂-钼蓝光度法测定磷量	155
GB/T 4324.25—1984	钨化学分析方法	惰气熔融库仑滴定法测定氧量	158
GB/T 4324.26—1984	钨化学分析方法	奈氏试剂光度法测定氮量	164
GB/T 4324.27—1984	钨化学分析方法	燃烧-库仑滴定法测定碳量	167
GB/T 4324.28—1984	钨化学分析方法	硫氰酸盐光度法测定钼量	172
GB/T 4324.29—1984	钨化学分析方法	重量法测定氯化挥发后残渣量	175
GB/T 4324.30—1984	钨化学分析方法	重量法测定灼烧损失量	177
GB/T 4325.1—1984	钼化学分析方法	方波极谱法连续测定铅、镉量	179
GB/T 4325.2—1984	钼化学分析方法	碘化钾-马钱子碱光度法测定铋量	183
GB/T 4325.3—1984	钼化学分析方法	聚乙二醇辛基苯基醚-苯荧光酮光度法测定锡量	186
GB/T 4325.4—1984	钼化学分析方法	孔雀绿光度法测定锑量	189
GB/T 4325.5—1984	钼化学分析方法	钼蓝光度法测定砷量	192
GB/T 4325.6—1984	钼化学分析方法	邻二氮杂菲光度法测定铁量	195
GB/T 4325.7—1984	钼化学分析方法	钴试剂光度法测定钴量	198
GB/T 4325.8—1984	钼化学分析方法	丁二酮肟光度法测定镍量	201
GB/T 4325.9—1984	钼化学分析方法	丁二酮肟重量法测定镍量	204
GB/T 4325.10—1984	钼化学分析方法	新铜试剂光度法测定铜量	206
GB/T 4325.11—1984	钼化学分析方法	铬天青 S 光度法测定铝量	209
GB/T 4325.12—1984	钼化学分析方法	氯化-钼蓝光度法测定硅量	212
GB/T 4325.13—1984	钼化学分析方法	乙二醛双(2-羟基苯胺)光度法测定钙量	215
GB/T 4325.14—1984	钼化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钙量	218
GB/T 4325.15—1984	钼化学分析方法	偶氮氯膦 I 光度法测定镁量	223
GB/T 4325.16—1984	钼化学分析方法	原子吸收分光光度法测定镁量	226
GB/T 4325.17—1984	钼化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钠量	230
GB/T 4325.18—1984	钼化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钾量	235
GB/T 4325.19—1984	钼化学分析方法	二安替比林甲烷光度法测定钛量	240
GB/T 4325.20—1984	钼化学分析方法	钼试剂光度法测定钒量	243
GB/T 4325.21—1984	钼化学分析方法	二苯基碳酰二肼光度法测定铬量	246

GB/T 4325.22—1984	钼化学分析方法	甲醛肟光度法测定锰量	248
GB/T 4325.23—1984	钼化学分析方法	燃烧-电导法测定硫量	251
GB/T 4325.24—1984	钼化学分析方法	钼蓝光度法测定磷量	256
GB/T 4325.25—1984	钼化学分析方法	惰气熔融库仑滴定法测定氧量	259
GB/T 4325.26—1984	钼化学分析方法	奈氏试剂光度法测定氮量	264
GB/T 4325.27—1984	钼化学分析方法	燃烧-库仑滴定法测定碳量	267
GB/T 4325.28—1984	钼化学分析方法	四苯砷氯酸盐-硫氰酸盐光度法测定钨量	272
GB/T 4375.1—1984	镓化学分析方法	2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲光度法测定铜量	275
GB/T 4375.2—1984	镓化学分析方法	4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚光度法测定铅量	278
GB/T 4375.3—1984	镓化学分析方法	铬天青 S-溴化十四烷基吡啶光度法测定铝量	281
GB/T 4375.4—1984	镓化学分析方法	4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲光度法测定铁量	284
GB/T 4375.5—1984	镓化学分析方法	一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收分光光度法测定钙量	287
GB/T 4375.6—1984	镓化学分析方法	水杨基荧光酮-溴化十六烷基三甲基铵光度法测定锡量	292
GB/T 4375.7—1984	镓化学分析方法	钼蓝光度法测定硅量	295
GB/T 4375.8—1984	镓化学分析方法	乙基紫光度法测定铜量	298
GB/T 4375.9—1984	镓化学分析方法	苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚光度法测定锗量	301
GB/T 4375.10—1984	镓化学分析方法	原子吸收分光光度法测定锌量	304
GB/T 4375.11—1984	镓化学分析方法	冷原子吸收分光光度法测定汞量	309
GB/T 4375.12—1984	镓化学分析方法	化学光谱法测定铅、铜、镍、铝、铟和锌量	313
GB/T 8639.1—1988	钒化学分析方法	高锰酸钾-硫酸亚铁铵滴定法测定钒量	318
GB/T 8639.2—1988	钒化学分析方法	二苯基碳酰二肼光度法测定铬量	321
GB/T 8639.3—1988	钒化学分析方法	CAS-TPC 光度法测定铝量	324
GB/T 8639.4—1988	钒化学分析方法	邻菲罗啉光度法测定铁量	327
GB/T 8639.5—1988	钒化学分析方法	异戊醇萃取光度法测定铁量	329
GB/T 8639.6—1988	钒化学分析方法	正丁醇萃取光度法测定硅量	331
GB/T 8639.7—1988	钒化学分析方法	脉冲熔融-气相色谱法测定氧量	334
GB/T 11064.1—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	酸碱滴定法测定碳酸锂量	338
GB/T 11064.2—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	酸碱滴定法测定氢氧化锂量	340
GB/T 11064.3—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	电位滴定法测定氯化锂量	342
GB/T 11064.4—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钠和钾量	346
GB/T 11064.5—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钙量	351
GB/T 11064.6—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定镁量	355
GB/T 11064.7—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	359
GB/T 11064.8—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	钼蓝分光光度法测定硅量	362
GB/T 11064.9—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	还原滴定法测定硫化物量	365
GB/T 11064.10—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	汞量法测定氯化物量	370
GB/T 11064.11—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	重量法测定酸不溶物量	374
GB/T 11064.12—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法	吸收滴定法测定二氧化碳	

	量	376
GB/T 11064.13—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法测定铝量	380
GB/T 11064.14—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷量	384
GB/T 11064.15—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 离子选择电极法测定氟量	387
GB/T 11064.16—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 火焰原子发射光谱法测定钠和钾量	391
GB/T 11064.17—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 共沉淀火焰原子吸收光谱法测定铁和铅量	395
GB/T 11064.18—1989	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 离子交换火焰原子吸收光谱法测定钙、镁、铜、锌、镍、锰、镉量	399
GB/T 13747.1—1992	锆及锆合金化学分析方法 锡量测定	405
GB/T 13747.2—1992	锆及锆合金化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	410
GB/T 13747.3—1992	锆及锆合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量	413
GB/T 13747.4—1992	锆及锆合金化学分析方法 二苯卡巴肼分光光度法测定铬量	416
GB/T 13747.5—1992	锆及锆合金化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝量	419
GB/T 13747.6—1992	锆及锆合金化学分析方法 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法测定铜量	422
GB/T 13747.7—1992	锆及锆合金化学分析方法 高碘酸盐分光光度法测定锰量	425
GB/T 13747.8—1992	锆及锆合金化学分析方法 亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量	428
GB/T 13747.9—1992	锆及锆合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量	431
GB/T 13747.10—1992	锆及锆合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钨量	434
GB/T 13747.11—1992	锆及锆合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钼量	437
GB/T 13747.12—1992	锆及锆合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量	440
GB/T 13747.13—1992	锆及锆合金化学分析方法 示波极谱法测定铅量	443
GB/T 13747.14—1992	锆及锆合金化学分析方法 催化示波极谱法测定铀量	446
GB/T 13747.15—1992	锆及锆合金化学分析方法 姜黄素分光光度法测定硼量	449
GB/T 13747.16—1992	锆及锆合金化学分析方法 氯化银浊度法测定氟量	452
GB/T 13747.17—1992	锆及锆合金化学分析方法 示波极谱法测定镉量	454
GB/T 13747.18—1992	锆及锆合金化学分析方法 苯甲酰苯基羟胺分光光度法测定钒量	457
GB/T 13747.19—1992	锆及锆合金化学分析方法 二安替比林甲烷分光光度法测定钛量	460
GB/T 13747.20—1992	锆及锆合金化学分析方法 发射光谱法测定铈量	463
GB/T 13747.21—1992	锆及锆合金化学分析方法 真空加热气相色谱法测定氢量	466
GB/T 13747.22—1992	锆及锆合金化学分析方法 惰气熔融库仑法测定氧量	469
GB/T 13747.23—1992	锆及锆合金化学分析方法 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量	472
GB/T 13747.24—1992	锆及锆合金化学分析方法 库仑法测定碳量	475
GB/T 15076.1—1994	钽铌化学分析方法 钽中钽量的测定	478
GB/T 15076.2—1994	钽铌化学分析方法 钽中铌量的测定	484
GB/T 15076.3—1994	钽铌化学分析方法 铜量的测定	490
GB/T 15076.4—1994	钽铌化学分析方法 铁量的测定	493
GB/T 15076.5—1994	钽铌化学分析方法 钼量和钨量的测定	496
GB/T 15076.6—1994	钽铌化学分析方法 钽中硅量的测定	502

GB/T 15076.7—1994	钽铌化学分析方法	钽中磷量的测定	508
GB/T 15076.8—1994	钽铌化学分析方法	钽中硫量的测定	511
GB/T 15076.9—1994	钽铌化学分析方法	钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜和钴量的测定	515
GB/T 15076.10—1994	钽铌化学分析方法	钽中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定	519
GB/T 15076.11—1994	钽铌化学分析方法	钽中砷、锑、铅、锡和铋量的测定	523
GB/T 15076.12—1994	钽铌化学分析方法	碳量的测定	527
GB/T 15076.13—1994	钽铌化学分析方法	钽中氮量的测定	531
GB/T 15076.14—1994	钽铌化学分析方法	氧量的测定	537
GB/T 15076.15—1994	钽铌化学分析方法	氢量的测定	544
GB/T 16599—1996	钼的发射光谱分析方法		548
GB/T 16600—1996	钨的发射光谱分析方法		554
YS/T 38.1—1992	高纯镓化学分析方法	钼蓝分光光度法测定硅量	560
YS/T 38.2—1992	高纯镓化学分析方法	化学光谱法测定锰、镁、铬和锌量	563
YS/T 38.3—1992	高纯镓化学分析方法	化学光谱法测定铅、镍、锡和铜量	567
YS/T 230.1—1994(原 GB 2594.1—81)	高纯钢中铝、镉、铜、镁、铅、锌量的测定(化学光谱法)		571
YS/T 230.2—1994(原 GB 2594.2—81)	高纯钢中铁量的测定(化学光谱法)		574
YS/T 230.3—1994(原 GB 2594.3—81)	高纯钢中砷量的测定[二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDC)法]		576
YS/T 230.4—1994(原 GB 2594.4—81)	高纯钢中硅量的测定(硅钼蓝吸光光度法)		579
YS/T 230.5—1994(原 GB 2594.5—81)	高纯钢中硫量的测定(氢碘酸、次磷酸钠还原极谱法)		581
YS/T 230.6—1994(原 GB 2594.6—81)	高纯钢中铈量的测定(罗丹明 B 吸光光度法)		584
YS/T 230.7—1994(原 GB 2594.7—81)	高纯钢中锡量的测定(苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺吸光光度法)		586
YS/T 276.1—1994(原 GB 8221.1—87)	钨化学分析方法	水相钼蓝分光光度法测定砷量	588
YS/T 276.2—1994(原 GB 8221.2—87)	钨化学分析方法	苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法测定锡量	591
YS/T 276.3—1994(原 GB 8221.3—87)	钨化学分析方法	甲基绿分光光度法测定铈量	594
YS/T 276.4—1994(原 GB 8221.4—87)	钨化学分析方法	铬天青 S 分光光度法测定铝量	597
YS/T 276.5—1994(原 GB 8221.5—87)	钨化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铜、铁、锌、镉量	599
YS/T 276.6—1994(原 GB 8221.6—87)	钨化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅量	604
YS/T 426.1—2000	铈铍芯块化学分析方法	氟化钾滴定法测定铍量	609
YS/T 426.2—2000	铈铍芯块化学分析方法	溴酸钾滴定法测定铈量	613
YS/T 426.3—2000	铈铍芯块化学分析方法	8-羟基喹啉分光光度法测定铝量	616
YS/T 426.4—2000	铈铍芯块化学分析方法	原子吸收光谱法测定铅、铁、锰、镁量	620
YS/T 426.5—2000	铈铍芯块化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定硅量	626
YS/T 426.6—2000	铈铍芯块化学分析方法	溴甲醇法测定氧化铍量	630
YS/T 426.7—2000	铈铍芯块化学分析方法	高频-红外吸收法测定碳量	634

注：1 本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

2 本汇编目录中，凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原 GB ××××—××)”的行业标准，均由国家标准转化而来，这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号，正文内容完全不变)，故本汇编中正文部分仍为原国家标准。与此类似的专业标准、部标准转化为行业标准的情况也照此处理。

氧化锆、氧化钪中氧化锆和
氧化钪含量的测定
(苦杏仁酸重量法)

GB 2590.1—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

在2.4~3N的热盐酸溶液中，加入苦杏仁酸使之生成难溶性的苦杏仁酸锆钪白色絮状沉淀，陈化后转变为结晶型沉淀。沉淀于900℃灼烧，以氧化物形式称重。

测定范围：75~99%。

2. 试剂与仪器

硫酸（比重1.84）。

氢氟酸（比重1.15）。

盐酸（比重1.19）。

氢氧化铵（比重0.90）。

酚酞溶液（1%）：称取1克酚酞，溶于50毫升乙醇中，用水稀释至100毫升，混匀。

苦杏仁酸溶液（16%）：过滤后使用。

洗涤液：500毫升水中溶解25克苦杏仁酸及10毫升盐酸（比重1.19）。

高压溶样装置（原则上使用如下图所示的装置）。

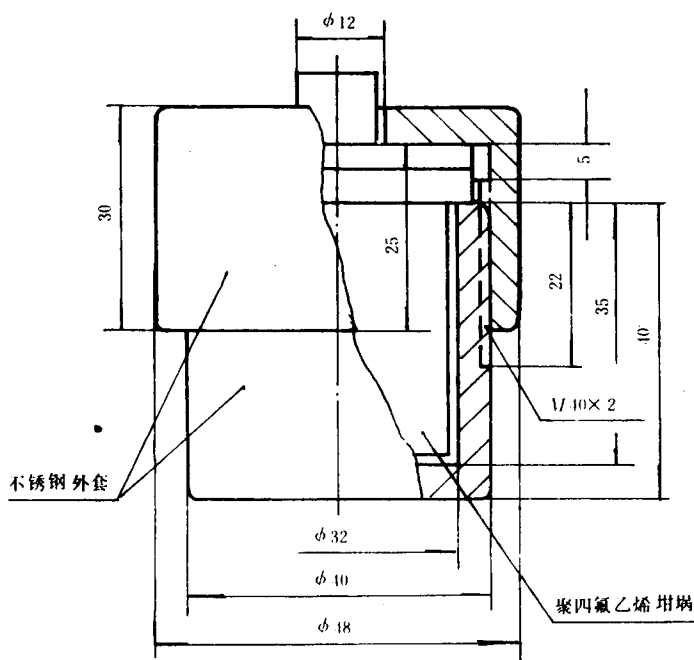


图1 高压溶样装置

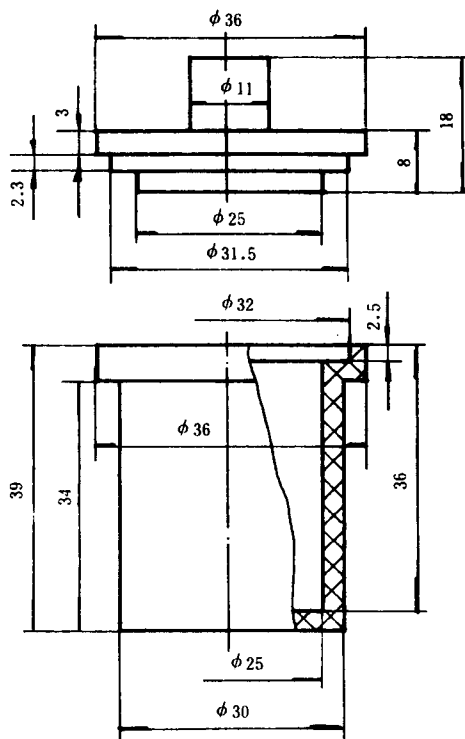


图2 聚四氟乙烯坩埚

3. 分析步骤

称取0.2000克试样，置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中，加入3毫升氢氟酸（比重1.15），盖上坩埚盖，旋紧高压套，在140±10℃保温50分钟，至试样完全溶解^①。冷却后，将坩埚中的试样溶液用水移入100毫升铂皿中，加入2毫升硫酸（比重1.84），在电炉上加热，蒸发至冒浓厚白烟，取下冷却，用水吹洗铂皿壁，继续加热至冒尽白烟，取下冷却。加入10毫升盐酸（比重1.19）于铂皿中，加热，使铂皿中干涸物溶解后，用水移入250毫升烧杯中，并稀释至100毫升。加入3滴1%酚酞溶液，滴加氢氧化铵（比重0.90）至溶液变红色，过量数滴，加热至沸，取下。趁热用中速定量滤纸过滤，并用pH8的微碱性热水洗涤烧杯。再洗涤沉淀7次。将沉淀连同滤纸放回原烧杯中，加入25毫升盐酸（比重1.19），加热溶解沉淀并捣碎滤纸，用水稀释至100毫升，加热至沸，取下。加入50毫升16%苦杏仁酸溶液，继续加热至沸，移置沸水浴上，保温2小时^②。以中速定量滤纸过滤，用洗涤液洗涤沉淀和滤纸6~8次。将沉淀连同滤纸放在已灼烧至恒重的瓷坩埚中，烘干，灰化，在900℃高温炉中灼烧至恒重。

氧化锆加氧化铪的百分含量按下式计算：

$$\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 (\%) = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中：W₁——沉淀与坩埚的重量（克）；

W₂——空坩埚的重量（克）；

W——称样量（克）。

4. 允许差

氧化锆试样：

（氧化锆 + 氧化铪）含量（%）	允许差（%）
90 ~ 99	1.0

氧化铪试样：

（氧化铪 + 氧化锆）含量（%）	允许差（%）
75 ~ 90	1.5

注：1 如试样易溶于氢氟酸中，则可不用高压溶样装置，用铂皿即可。

2 若不在沸水浴上保温，则要放置过夜。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

氧化锆、氧化钪中铁量的测定 (磺基水杨酸吸光光度法)

GB 2590.2 — 81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解，在pH8~11的碱性溶液中，铁与磺基水杨酸生成黄色络合物，于波长425nm处，测其吸光度。

锆、钪基体无干扰。待测溶液中各存在20微克锰，50微克铜、镍、铀，300微克铝，500微克钪，1000微克钛和磷不干扰测定。锰量大于30微克，铀量大于100微克时有干扰，可分别以盐酸羟胺和碳酸铵掩蔽。

测定范围：0.03~2.0%。

2. 试剂

硫酸铵。

硫酸（比重1.84）。

氢氧化铵（比重0.90）。

碳酸铵溶液（10%）。

盐酸羟胺溶液（10%）。

磺基水杨酸溶液（25%）。

铁标准溶液：

（甲）称取1.0000克金属铁（99.9%以上），用30毫升硝酸（1+1）溶解，待溶解后加热除去氮的氧化物。冷却，用水移入1000毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含1.00毫克铁。

（乙）移取25.00毫升溶液（甲），置于250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升含100微克铁。

3. 分析步骤

称取0.1000克试样^①（随同试样做试剂空白），置于150毫升烧杯中，加入2.5毫升硫酸（比重1.84）和2.5克硫酸铵，盖上表皿，在电炉上加热至试样完全溶解。稍冷，加入10毫升25%磺基水杨酸溶液，用水吹洗表皿和杯壁，微热溶解盐类^②。用水移入100毫升容量瓶中^③，加入2毫升10%盐酸羟胺溶液^④，用氢氧化铵（比重0.90）中和至红棕色，加入5毫升10%碳酸铵溶液^⑤，继续用氢氧化铵（比重0.90）中和至黄色并过量2毫升，用水稀释至刻度，摇匀。移入1或3厘米液槽中^⑥，以水作参比，在分光光度计上，于波长425nm处，测其吸光度。减去试剂空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的铁量。

工作曲线的绘制：

移取0.00、0.30、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00、7.00毫升铁标准溶液（乙）^⑦，分别置于一组100毫升容量瓶中，各加入30毫升水、10毫升25%磺基水杨酸溶液，以下按分析步骤操作，测其吸光度。减去不加铁标准溶液的显色液的吸光度，绘制工作曲线。

铁的百分含量按下式计算：

$$\text{Fe}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W} \times 100$$

式中： r ——自工作曲线上查得的铁量（微克）；

W ——称样量（克）。

4. 允许差

铁含量（%）	允许差（%）
0.030 ~ 0.060	0.006
>0.060 ~ 0.100	0.008
>0.100 ~ 0.300	0.015
>0.300 ~ 0.60	0.02
>0.60 ~ 1.00	0.03
>1.00 ~ 2.00	0.05

注：1 铁含量1.2%以上时，称取0.0500克试样。

2 若有沉淀则需过滤。

3 若铁含量大于0.6%，则移入200毫升容量瓶中显色，绘制工作曲线时，改为移取3.00、6.00、9.00、12.00、15.00毫升铁标准溶液（乙）。所需试剂量亦要相应增加一倍。

4 试液中锰量小于30微克，钨量小于100微克，可不加盐酸羟胺和碳酸铵溶液。

5 铁含量小于0.2%时，用3厘米液槽测量。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

氧化锆、氧化钨中硅量的测定
(硅钼蓝吸光光度法)

GB 2590.3 — 81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以氢氟酸于高压溶样装置中溶解, 加入硼酸、钼酸铵后, 调节溶液pH为1~1.5, 使硅形成硅钼黄, 加入柠檬酸消除磷、砷的干扰, 用1-2-4酸将硅钼黄还原为钼蓝, 于波长700nm处, 测其吸光度。

测定范围: 0.02~0.7%。

2. 试剂与仪器

硼酸: 优级纯。

氢氟酸(比重1.15): 提纯。

氢氧化铵(比重0.90): 提纯。

钼酸铵溶液(10%): 优级纯。

柠檬酸溶液(20%)。

1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液(1-2-4酸): 称取0.05克1-2-4酸, 溶于100毫升10%亚硫酸钠溶液中, 用时现配。

硅标准溶液:

(甲) 称取2.1393克纯二氧化硅(99.9%以上), 置于铂坩埚中, 加入10克碳酸钠与碳酸钾的混合熔剂(2+1), 拌匀, 在喷灯上熔融到坩埚内容物全部熔化, 继续熔融10分钟。冷却, 用热水浸出, 加热到溶液澄清。冷却, 用水移入1000毫升容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1毫升含1.00毫克硅。

(乙) 移取25.00毫升溶液(甲), 置于250毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1毫升含100微克硅。

高压溶样装置(原则上使用如下图所示的装置)。

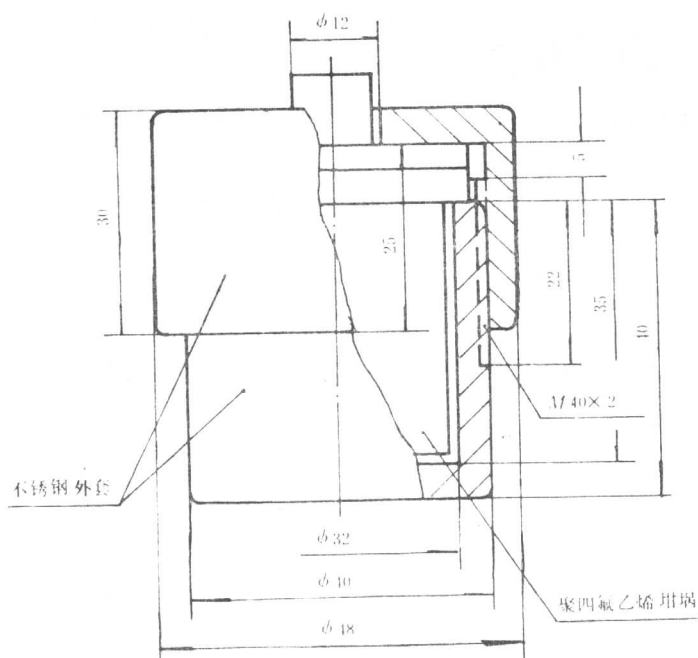


图1 高压溶样装置

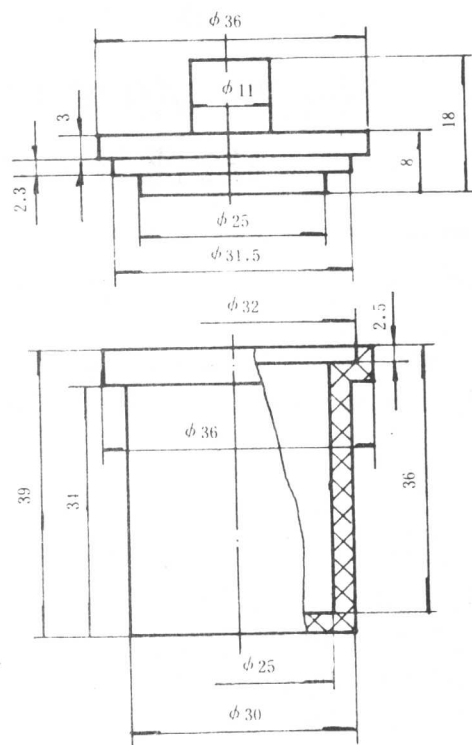


图2 聚四氟乙烯坩埚

3. 分析步骤

(1) 常压下易溶于氢氟酸的试样:

称取0.1000克试样(随同试样做试剂空白),置于120毫升聚乙烯烧杯中,加入2毫升氢氟酸(比重1.15),盖紧烧杯盖,于微沸水浴中,加热10~20分钟至试样完全溶解。冷却,用水稀释至约60毫升。加入2.5克硼酸^①,于沸水浴中加热溶解。冷却,加入4毫升10%钼酸铵溶液,用氢氧化铵(比重0.90)调节溶液的pH为1~1.5,放置10~25分钟^②,加入5毫升20%柠檬酸溶液,混匀。立即加入5毫升1-2-4酸溶液,用水移入100毫升容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。20分钟后,移入1厘米液槽中,以水作参比,在分光光度计上,于波长700nm处,测其吸光度。减去试剂空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。

(2) 常压下难溶于氢氟酸的试样:

称取0.1000克试样(随同试样做试剂空白),置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中,加入2毫升氢氟酸(比重1.15),盖紧坩埚盖,旋紧高压套,在 $140 \pm 10^\circ\text{C}$ 保温50分钟,至试样完全溶解。冷却后,将坩埚中的试样溶液用水移入120毫升聚乙烯瓶中,使体积保持约60毫升。加入2.5克硼酸,于沸水浴中加热溶解。冷却,以下按分析步骤(1)进行。

工作曲线的绘制:

称取0.6000克氧化锆试样,置于100毫升铂皿中^③,加入8毫升氢氟酸(比重1.15)和2~3毫升硫酸(比重1.84),在电炉上加热至试样完全溶解,并蒸发至冒白烟^④。冷却,用水吹洗皿壁,再蒸发至冒尽白烟。冷却,加入12毫升氢氟酸(比重1.15),微热溶解盐类,用水移入聚乙烯瓶中,并稀释至60毫升,混匀。移取6份10毫升溶液,分别置于一组聚乙烯瓶中,用水稀释至60毫升,加入0.00、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00毫升硅标准溶液(乙),加入2.5克硼酸,于沸水浴中加热溶解,以下按分析步骤(1)进行,测其吸光度。减去不加硅标准溶液的显色液的吸光度。绘制工作曲线。

硅的百分含量按下式计算^⑤:

$$\text{Si}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W} \times 100$$

式中： r ——自工作曲线上查得的硅量（微克）；

W ——称样量（克）。

4. 允许差

硅含量（%）	允许差（%）
0.020 ~ 0.060	0.004
>0.060 ~ 0.090	0.006
>0.090 ~ 0.150	0.010
>0.150 ~ 0.350	0.025
>0.350 ~ 0.700	0.035

注：1 不加固体硼酸，也可加50毫升5%硼酸溶液，但此时保持总体积不超过60毫升。

2 发色时间随温度而改变，20℃时需25分钟；25℃时，20分钟；30℃时，10分钟。

3 若使用高纯氧化锆，则与试样同时溶解后，作为底液。分析氧化锆中硅时，绘制工作曲线不必加入锆底液。

4 铂皿中内容物应尽量加热到不致溅跳的最高温度，如温度太低，将导致硅的挥发不完全。若三氧化硫白烟未冒尽，则影响工作曲线的稳定性。

5 硅含量高时，应分取部分溶液进行分析，则硅的百分含量按下式计算：

$$\text{Si}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： r ——自工作曲线上查得的硅量（微克）；

V ——试液总体积（毫升）；

V_1 ——分取试液体积（毫升）；

W ——称样量（克）。