

光化学还原-硅钼蓝光度法测定 Pd/Al₂O₃ 催化剂中的硅

宋建强, 金娅秋, 方卫*, 郭帅龙, 冯璐, 任传婷, 戴云生, 唐春

(昆明贵金属研究所, 贵研铂业股份有限公司 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室, 昆明 650106)

摘要: 研究了 β 型硅钼黄的形成及其被乙醇光化学还原为硅钼蓝的影响条件, 建立了乙醇光化学还原-硅钼蓝分光光度法测定氧化铝载钯催化剂中硅含量的新方法。结果表明, 在 810 nm 波长处, 硅量在 0~2 $\mu\text{g/mL}$ 范围内硅钼蓝吸光度符合朗伯-比耳定律; 分取溶解后的催化剂溶液, 控制测定试液钼酸铵浓度为 5 g/L、盐酸浓度为 0.9 mol/L, 以乙醇作为光催化还原剂, 用 UVA 紫外灯为光源照射 25 min, 测定样品中含量为 0.1%~1% 的硅, $RSD=1.43\%$ ($n=9$), 加标回收率 98.5%~101%。

关键词: 分析化学; 硅; 光化学还原; 硅钼蓝光度法; Pd/Al₂O₃ 催化剂

中图分类号: O657.31, O614.82⁺2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2016)04-09-06

Determination of Silicon in Pd/Al₂O₃ Catalyst by Photochemical Reduction-Silicon Molybdenum Blue Spectrophotometry

SONG Jianqiang, JIN Yaqiu, FANG Wei*, GUO Shuailong,
FENG Lu, REN Chuanting, DAI Yunsheng, TANG Chun

(Kunming Institute of Precious Metals, State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals, Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: Photochemical reduction-silicon molybdenum blue spectrophotometry, a new analytical method, was used to measure silicon content in Pd/Al₂O₃ catalyst. The conditions for photo-reducing β -silicon molybdenum yellow into silicon molybdenum blue with ethanol were investigated. The results showed that the changes in absorbance complied with Beer-Lambert law when the silicon content was in 0~2 $\mu\text{g/mL}$ concentration range. The method applied to the determination of 0.1%~1% silicon contents in Pd/Al₂O₃ catalyst with satisfactory results. The recovery was between 98.5%~101% with a RSD of 1.43% ($n=9$).

Key words: analytical chemistry; silicon; photochemical reduction; silicon-molybdenum blue spectrophotometry; Pd/Al₂O₃ catalyst

氧化铝载钯(Pd/Al₂O₃)催化剂产品在石油化工、精细化工和空气净化等领域中应用广泛。其中硅含量是衡量 Pd/Al₂O₃ 催化剂产品质量的主要指标之一, 但至今未见到相关文献、标准的介绍, 故建立准确测定硅含量的方法是亟待解决的问题。

目前, 对硅含量测定的综述性文章较少^[1], 而对具体物料中硅测定方法研究较多, 如硅钼蓝^[2-4]、硅钼黄^[5-6]光度法, 氟硅酸钾容量法^[7-8], 硅酸重量法及其与光度法的联合法^[9-11], ICP-AES 法^[12-14], X

射线荧光光谱法^[15-16]等。相对于其他方法, 分光光度法显色体系稳定、操作简便, 尤其是硅钼蓝光度法的灵敏度较高, 更适用于微量至低量硅的测定, 且基体铝一般不干扰测定^[17]。通常, 硅钼蓝光度法需用还原剂 1,2,4-酸(1-氨基-2-萘酚-4-磺酸)、硫酸亚铁铵或抗坏血酸等预先还原硅钼黄为硅钼蓝, 但这些还原剂易引入干扰离子。而采用乙醇光化学还原的硅钼蓝光度法具有可操作性强、对环境污染小等优点, 文献[18]对此体系的反应条件和机理进行了

收稿日期: 2016-03-15

第一作者: 宋建强, 男, 硕士研究生, 研究方向: 贵金属分析化学。E-mail: 824363838@qq.com

*通讯作者: 方卫, 女, 正高级工程师, 研究方向: 分析化学。E-mail: fw930@ipm.com.cn

较全面的研究。

本文针对 $\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 催化剂中硅的光度测定原理, 系统研究了 β 型硅钼黄和被乙醇光化学还原为硅钼蓝的形成条件, 建立了 $\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 催化剂中硅量的测定方法。并与抗坏血酸还原-硅钼蓝光度法^[19]进行了比较。

1 实验部分

1.1 主要试剂、仪器及装置

硅标准贮存溶液($\rho_{\text{Si}}=1.000 \text{ mg/mL}$, 北京钢铁研究总院); 硅标准溶液($\rho_{\text{Si}}=25 \text{ }\mu\text{g/mL}$): 移取 2.50 mL 硅标准贮备溶液于 100 mL 塑料容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀; 钼酸铵溶液(50 g/L); 乙醇溶液(1+1); 抗坏血酸溶液(20 g/L); 氢氧化钠溶液(200 g/L); 酒石酸钠溶液(50 g/L); 氨基磺酸溶液(1 g/L); 盐酸; 盐酸(1+1); 氨水溶液(1+1); 过氧化氢; 硼酸。所用试剂均为分析纯, 实验用水为二次蒸馏水。

$\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 催化剂 1[#]样品 $\omega_{\text{Si}}\approx 0.1\%$ 、2[#]样品 $\omega_{\text{Si}}\approx 0.5\%$ 、3[#]样品 $\omega_{\text{Si}}\approx 1\%$ 。

双光束紫外可见分光光度计(TO-1901, 北京普析通用仪器有限责任公司); 精密电子天平(Mettler Toledo, 感量 0.1 mg); UVA 紫外灯(MVUC-20)。

1.2 实验方法

称取 0.2 g 催化剂样品(预先于 250℃烘干 3 h), 置于聚四氟乙烯消化罐中, 加入 12 mL 盐酸、3 mL 过氧化氢, 密封。置于 160℃烘箱中溶解 24 h。取出, 冷却, 将试液转入聚四氟乙烯烧杯中, 用约 15 mL 水洗净聚四氟乙烯消化罐内壁, 加入约 10 g 硼酸至溶液呈现过饱和状态。加入 0.5 g 亚硫酸钠, 低温煮沸 20 min, 取下, 冷却, 转入 100 mL 塑料容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。根据硅量不同, 分取 2.00~10.00 mL 试液于 50 mL 容量瓶中, 加入水至总体积约为 50 mL, 滴加氢氧化钠溶液至试液刚出现白色沉淀, 分别加入 1.25 mL 盐酸(1+1)、6 mL 乙醇溶液(1+1)、5 mL 钼酸铵溶液, 每加入一种试剂均应混匀, 置于暗室中 30 min。加入 6 mL 盐酸(1+1), 用水稀释至刻度, 混匀。置于 UVA 紫外灯上方距离约 2 cm 处照射显色 25 min。于分光光度计 810 nm 波长处, 用 1 cm 比色皿, 以试剂空白作参比, 测定溶液的吸光度。

1.3 标准曲线的制作

分别移取 0、0.2、0.5、1.0、2、3、4 mL 的硅标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 加入 25 mL 水, 滴加

氢氧化钠溶液至溶液刚出现白色沉淀, 按“1.2”进行 3 次测定, 测得平均吸光度分别为 0.092、0.229、0.458、0.894、1.342、1.700, 硅量在 0~100 $\mu\text{g}/50 \text{ mL}$ (0~2 $\mu\text{g/mL}$) 范围内符合朗伯-比耳定律, 线性回归方程 $A=0.8857c+0.0067$, 相关系数(r)=0.9999, 表观摩尔吸光系数 $\varepsilon_{810}=2.511\times 10^4 \text{ L}/(\text{mol}\cdot\text{cm})$ 。

2 结果与讨论

2.1 硅钼蓝波长的选择

分别采用不同浓度的硅标准溶液, 以对应试剂空白为参比, 按 1.3 显色后, 于 400~1020 nm 波长进行扫描, 绘制硅钼蓝的吸收曲线, 如图 1 所示。由图 1 可知, 在 810 nm 波长时, 硅钼蓝的吸光度最大, 故选择 810 nm 为测定波长。

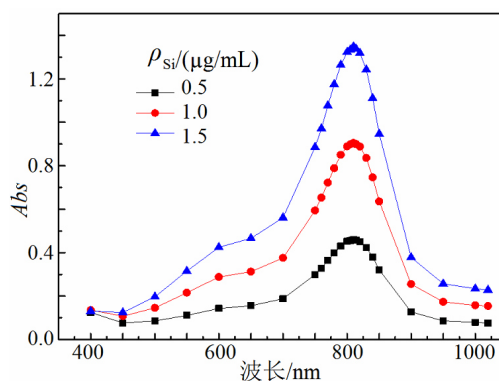


图 1 硅钼蓝的吸收光谱

Fig.1 Absorbance curve of silicon-molybdenum blue

2.2 β 型硅钼黄形态控制

2.2.1 盐酸浓度

硅钼黄在不同浓度的盐酸中有 3 种形态, 分别为 α 、 β 、 γ 型, β 型硅钼黄被还原为硅钼蓝后的吸光度值较 α 、 γ 型硅钼黄被还原后的高, 故选择形成 β 型硅钼黄。试验表明^[20], 溶液的盐酸浓度为 0.05~0.30 mol/L (pH=0.62~1.5) 时, 硅钼蓝配离子的稳定性好; 酸度过低时, 易形成 α 型硅钼黄导致体系吸光度偏低和稳定性变差; 酸度过高时会使单硅酸聚集, 显色反应不完全、反应速度慢。因此选择盐酸浓度 0.15 mol/L (相当于加入 1.25 mL 盐酸(1+1))。

2.2.2 pH 值调节试剂

平行移取 16 份 5 mL 试液(1.2)分为 2 组, 各加入 3.00 mL 硅标准溶液, 每组分别采用氢氧化钠溶液、氨水调节试液至刚出现白色沉淀, 测定其吸光

度并计算回收率, 结果如图2所示。

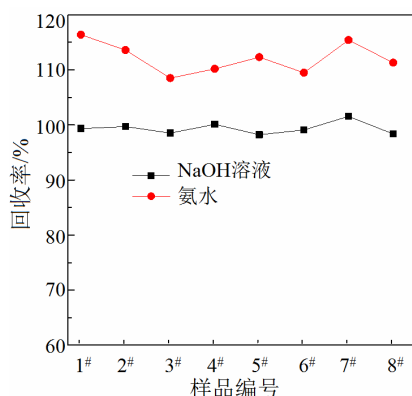


图2 不同 pH 值调节剂处理的硅标准回收率

Fig.2 Recoveries of standard Si solution using different pH regulating agents

由图2可知, 以氢氧化钠作为 pH 值调节剂的硅标准回收率接近 100%, 且重现性好; 而氨水作为 pH 值调节剂的硅标准回收率明显偏高, 且重现性差。这可能是由于氨水是弱碱溶液, 在调节至中性后, 形成的强酸弱碱盐具有缓冲作用, 使得体系中的酸度变低, 导致测定结果偏高且波动较大。故选择氢氧化钠作为 pH 值调节剂。

2.2.3 钼酸铵浓度

在其它试验条件均相同的情况下, 从 2~12 g/L 改变钼酸铵加入浓度, 测定相应试液的吸光度值。考察钼酸铵最佳用量。结果如图3所示。

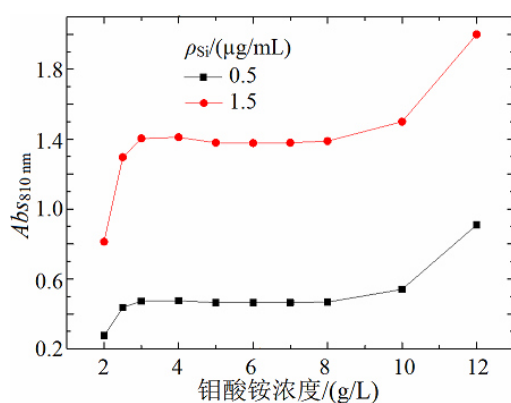


图3 钼酸铵浓度对吸光度值的影响

Fig.3 Effects of ammonium molybdate concentrations on the absorbance value

由图3可见, 当溶液中钼酸铵浓度为 3~8 g/L

时, 吸光度基本稳定。钼酸铵加入量太少会导致显色不完全, 当钼酸铵浓度低于 3 g/L 时, 形成硅钼黄的速率降低, 单硅酸不能充分和钼酸根离子生成硅钼黄, 导致体系溶液显色不完全, 测得的吸光度值偏低。钼酸铵量过多则会导致大量游离的钼酸铵在光化学还原过程中被乙醇还原成钼蓝显色, 当钼酸铵浓度高于 8 g/L 时, 吸光度偏高。选择钼酸铵浓度为 5 g/L(相当于加入 5 mL 钼酸铵溶液)。

2.3 形成硅钼蓝条件选择

2.3.1 盐酸浓度

由于体系中存在过量的钼酸铵, 酸度过低会形成大量的非硅钼蓝, 干扰测定结果, 所以在 β 型硅钼黄形成后需要补加盐酸增加体系的酸度。但酸度过高会导致光化学反应减慢, 吸光度偏低。以盐酸浓度为 0.25~5 mol/L 进行试验, 测定其对吸光度的影响, 结果如图4所示。

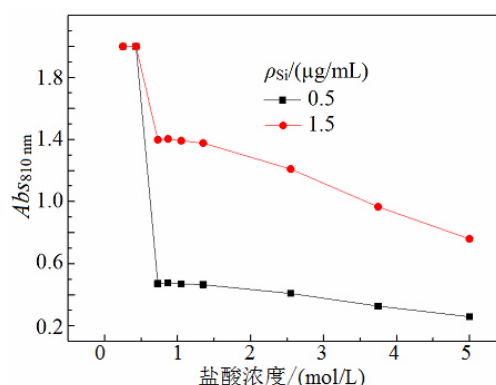


图4 盐酸浓度对硅钼蓝吸光度的影响

Fig.4 Effects of hydrochloric acid concentrations on the absorbance value of silicon-molybdenum blue

由图4可知, 盐酸浓度为 0.75~1.35 mol/L 时, 硅钼蓝吸光度值恒定。选择盐酸酸度 0.9 mol/L(补加入 6 mL 盐酸(1+1))。

2.3.2 乙醇溶液用量

乙醇在显色反应中作为光催化的还原剂, 有 2 个作用: 1) 作为 β 型硅钼黄配离子的稳定剂; 2) 在合适光源照射下, 向 β 型硅钼黄配离子中 Mo^{6+} 提供电子, 使其被还原形成硅钼蓝。乙醇加入量过多会产生正干扰, 加入量过少则使得光化学还原反应速率低, 为此考察了不同乙醇溶液(1+1)加入量(0~15 mL/L)对吸光度的影响, 结果如图5所示。

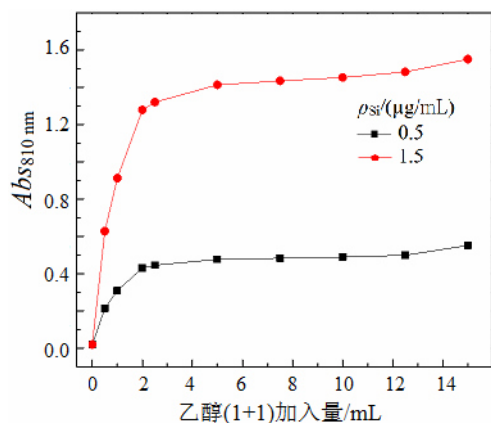


图 5 乙醇用量对吸光度的影响

Fig.5 Effects of ethanol addition amount on the absorbance

由图 5 可知, 不加入乙醇时, 体系基本无吸收; 乙醇溶液(1+1)加入量 <2.5 mL 或 >12 mL 时, 光化学反应后的吸光度值明显偏低或偏高; 而在 5~10 mL 时, 吸光度值较稳定。故选择乙醇溶液(1+1)加入量为 6 mL。

2.3.3 光源及光照时间

光化学还原过程实质上是在一定范围波长的光源照射下乙醇被氧化释放出电子, 供给 Mo^{6+} 电子还原形成硅钼蓝。选择稳定有效的照射光源是影响光化学还原反应完全与否的关键因素之一。在光照还原之前, 于暗室中放置 30 min 避免光照使 β 型硅钼黄形成完全后, 选择 4 种不同类型的光源, 如晴天正午直射太阳光(波长 350~1800 nm)、紫外灯 UVB(波长 275~320 nm)、紫外灯 UVA(波长 320~420 nm)和白炽灯(400~780 nm)进行照射(试液与人工光源距离约 20 cm)试验, 考察光源和照射时间对吸光度的影响, 结果如表 1 所示。

表 1 光源及光照时长对吸光度的影响

Tab.1 Effects of light sources and irradiating time on the absorbance

照射时 长/min	$A_{810} (\rho_{\text{Si}}=25 \mu\text{g/mL})$			
	日光	UVA 紫外灯	UVB 紫外灯	白炽灯
10	0.958	0.884	0.004	0.004
20	0.964	0.952	0.004	0.003
30	0.948	0.952	0.003	0.004
40	0.962	0.964	0.004	0.005
50	0.956	0.956	0.004	0.005
60	0.962	0.952	0.003	0.003
90	0.966	0.958	0.005	0.004

由表 1 可知, 10~90 min 照射时间内, 白炽灯和紫外灯 UVB 照射基本无反应; UVA 紫外灯和太阳光照射反应 20 min, 显色反应基本完全, 且太阳光照射反应所需时间相对更短。对比各种光源的波长推测硅钼黄光催化还原为硅钼蓝所需要的波长约为 350~400 nm。由于太阳光的光照强度和温度变化使照射过程不易定量控制, 故选择紫外灯 UVA 照射时间 25 min 作为显色光照条件。

2.4 共存离子干扰试验

$\text{Pd}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 催化剂的主要成分为 $\text{Al}_2\text{O}_3 > 90\%$ 、 Pd 0.1%~5%, 以及制备过程中引入的少量的 Si、Fe、Na、Zn、Ca、Ce、As、P 等, 此外在样品的溶解、试液的处理过程中引入一定量的 NO_3^- 离子等。

针对这些可能存在的干扰, 分别进行了不同量的 Al^{3+} 、 Pd(II) 、 Fe^{3+} 、 Na^+ 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ce(IV) 、 As(V) 、 P(V) 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 等离子的允许量试验。结果表明, 当硅量为 $75 \mu\text{g}/50 \text{ mL}$, 相对偏差 $< \pm 2\%$ 时, 50 mg Na^+ , 25 mg Al^{3+} , 10 mg Zn^{2+} 、 Ca^{2+} , 1.5 mg Ce(IV) 、 SO_4^{2-} , 1.0 mg Pd(II) 、 Fe^{3+} 对硅的测定基本不干扰。

P(V) 、 As(V) 与 Si(IV) 一样能同钼酸根离子生成杂多酸, 导致硅测定结果偏高; $> 20 \mu\text{g/mL NO}_3^-$ 影响硅钼蓝生成。经实验研究发现, 在硅钼黄生成后、光照之前掩蔽: 1) 加入 3 mL 5% 酒石酸钠溶液, 可允许 1.0 mg P(V) 、 0.5 mg As(V) 离子存在; 2) 加入 3 mL 1% 氨基磺酸溶液可消除 NO_3^- 影响。

2.5 精密度和准确度

2.5.1 加标回收试验

平行称取 5 份 0.2 g 1[#] 和 2[#] 催化剂样品, 加入不同量的硅标准溶液, 按测定方法处理后测定硅含量, 计算加标回收率。试验表明: 硅加入量在 $20\sim 75 \mu\text{g}$ 时, 加标回收率在 98.5%~101.1% 之间。

2.5.2 测定精密度和方法对比

平行称取 9 份试样, 按照上述 1.3 实验方法测定硅的含量, 计算精密度。并与抗坏血酸还原-硅钼蓝光度法^[19]进行比对, 结果如表 2 所示。

表 2 方法的精密度对比($n=9$)Tab.2 Comparison of precisions ($n=9$)

样品	本法		抗坏血酸还原法	
	平均值	RSD	平均值	RSD
1 [#]	0.079	1.43	0.078	2.02
2 [#]	0.82	1.30	0.82	2.06
3 [#]	1.07	1.37	1.06	2.04

/%

由表 2 可知, 2 种方法的结果吻合, 本法相对标准偏差优于抗坏血酸还原法。但抗坏血酸还原法的操作较繁琐, 本法实用性较强。

3 结论

采用乙醇光化学还原-硅钼蓝光度法测定氧化铝载钯催化剂中的硅含量。研究了测定的各项条件, 结果表明:

1) 在最大吸光度 810 nm 处, 硅钼蓝配离子的表观摩尔吸光系数(ϵ)为 $2.511 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$, 硅含量在 0~2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围符合朗伯-比耳定律, 相关系数 0.9999, 线性回归方程为 $A=0.8857c+0.0067$ 。

2) 将催化剂样品用盐酸-双氧水溶解、处理后, 分取适量溶液至 50 mL 容量瓶中测定。以氢氧化钠调整酸度, 加入钼酸铵溶液和乙醇溶液, 以 0.15 mol/L 的盐酸使硅保持为 β -硅钼黄形态。试液混匀静置后, 补加盐酸, 用 UVA 紫外灯照射 25 min 完成乙醇催化硅钼蓝的显色反应, 进行硅含量的测定。

3) 测定氧化铝载钯催化剂中 0.1%~1% 的硅, 加标回收率为 98.5%~101.1%, $RSD=1.43\%$ 。本法测定结果与抗坏血酸还原-硅钼蓝光度法吻合, 且操作较后者简单, 满足催化剂中硅量测定的要求。

参考文献:

- [1] 唐志阳. 陶瓷原料中二氧化硅含量的测定方法[J]. 佛山陶瓷, 2008, 18(4): 34-36.
- [2] 王晓玉, 田文利, 徐延兵. 硅钼蓝比色法测定煤灰中二氧化硅含量浅析[J]. 陕西煤炭, 2012(1): 104-105.
- [3] 杨朝帅, 周建辉, 孔幸花, 等. 硅钼蓝光度法测定萤石及其精矿中二氧化硅的含量[J]. 冶金分析, 2012, 32(7): 59-62.
YANG C S, ZHOU J H, KONG X H, et al. Silicon-molybdenum blue spectrophotometric determination of silica in fluorite and its concentrate[J]. Metallurgical analysis, 2012, 32(7): 59-62.
- [4] 李娜, 尚杰峰. 分光光度法测定锅炉水中二氧化硅的技术研究[J]. 化工技术与开发, 2013, 42(4): 45-48.
LI N, SHANG J F. Determination of silica in boiler water by spectrophotometry[J]. Technology & development of chemical industry, 2013, 42(4): 45-48.
- [5] 沙德仁. 提高硅钼黄比色溶液稳定性的研究[J]. 玻璃纤维, 2010(4): 18-28.
SHAD R. Study of improving the stability of colorimetric solution of silicon molybdenum yellow[J]. Fiber glass, 2010(4): 18-28.
- [6] 刘丽娟, 张娜, 刘瑜, 等. 硅钼黄分光光度法测定硅微粉中二氧化硅[J]. 冶金分析, 2009, 29(10): 63-65.
LIU L J, ZHANG N, LIU Y, et al. Determination of silicon oxide in silica fume by molybdsilicate yellow spectrophotometry[J]. Metallurgical analysis, 2009, 29(10): 63-65.
- [7] 陈桂英. 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量在冶金分析中的应用[J]. 四川冶金, 2007, 29(6): 27-29.
CHEN G Y. The application of potassium fluosilicate volumetric methods for determination of silica dioxide content in metallurgical analysis[J]. Sichuan metallurgy, 2007, 29(6): 27-29.
- [8] 张杰, 田秀梅, 戚淑芳, 等. 氟硅酸钾滴定法测定高碳铬铁中的硅[J]. 冶金分析, 2013, 31(10): 70-73.
ZHANG J, TIAN X M, QI S F, et al. Determination of silicon in high carbon ferro-chrome by potassium fluosilicate titration[J]. Metallurgical analysis, 2013, 31(10): 70-73.
- [9] 王建森, 席改卿. 氢氟酸挥发法测定石英砂中二氧化硅含量方法改进[J]. 河北化工, 2005(1): 62-63.
WANG J S, XI G Q. Improvement of hydrofluoric acid volatilization method for determining silica dioxide in quartz[J]. Hebei chemical engineering and industry, 2005(1): 62-63.
- [10] 徐建平, 王洪红. 酸溶高氯酸脱水重量法测定镁砂中二氧化硅[J]. 冶金分析, 2013, 33(4): 57-60.
XU J P, WANG H H. Determination of silicon dioxide in magnesite by perchloric acid dehydration gravimetric method with acid dissolution[J]. Metallurgical analysis, 2013, 33(4): 57-60.
- [11] 侯荣浩, 凌伟, 毕孝瑞. 重量-钼兰光度法测定二氧化硅含量不确定度[J]. 现代测量与实验室管理, 2011, 19(6): 23-26.
- [12] 张宁, 刘海波, 方增坤. 电感耦合等离子体发射光谱法测定锌精矿中的二氧化硅[J]. 岩矿测试, 2011, 30(3): 325-327.
ZHANG N, LIU H B, FANG Z K. Determination of SiO₂ in zinc concentrates by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry[J]. Rock and mineral analysis, 2011, 30(3): 325-327.
- [13] 何勇. 多组分谱图拟合技术 ICP-AES 法测高硅含量合金样品中硅成分[J]. 广东化工, 2010, 37(7): 102-103.
HE Y. ICP-AES method with multicomponent spectral fitting tests silicon element in high silicious content

- alloys[J]. Guangdong chemical industry, 2010, 37(7): 102-103.
- [14] 陈建国, 应晓浒, 曹国洲. 微波消解 ICP-AES 法测定铝合金中高含量硅[J]. 冶金分析, 2001, 21(1): 59-60.
CHEN J G, YING X H, CAO G Z. ICP-AES determination of high content silicon in aluminium alloy by microwave digestion[J]. Metallurgical analysis, 2001, 21(1): 59-60.
- [15] 乌静, 戴学谦, 刘伟, 等. X 射线荧光光谱法测定铁矾土中二氧化硅、氧化铝和氧化铁[J]. 冶金分析, 2009, 29(7): 44-48.
WU J, DAI X Q, LIU W, et al. Determination of silicon dioxide, aluminum oxide and ferric oxide in laterite by X-ray fluorescence spectrometry[J]. Metallurgical analysis, 2009, 29(7): 44-48.
- [16] 中华人民共和国山西出入境检验检疫局. 出口稀土镁硅铁中硅、铝、钙、铁、磷、铬、钛含量的测定 X 射线荧光光谱法: SN/T 2950-2011[S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.
- [17] 张志红, 何晓因, 金俏, 等. 分光光度法测定 ZMS5 分子筛催化剂中的硅[J]. 北京石油化工学院学报, 2010, 18(3): 43-46.
ZHANG Z H, HE X N, JIN Q, et al. Determination of Si(IV) in ZSM-5 zeolites by spectrophotometry[J]. Journal of Beijing Institute of Petro-Chemical Technology, 2010, 18(3): 43-46.
- [18] 沙德仁, 颜科, 吴旦. 光化学还原-硅钼蓝分光光度法测定硅的研究[J]. 光谱实验室, 2010, 27(6): 23-36.
SHA D R, YAN K, WU D. Determination of silicon by photochemical reduction-silicon-molybdenum blue spectrophotometry[J]. Chinese journal of spectroscopy laboratory, 2010, 27(6): 23-36.
- [19] 中国铝业股份有限公司郑州研究院. 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 钼蓝光度法测定二氧化硅含量: GB/T6609.3-2004[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- [20] 宋建强. Pd/Al₂O₃ 催化剂标样中 Al、Si、Fe、Na、Pd 定值方法研究[D]. 昆明: 昆明贵金属研究所, 2016.

《贵金属》(Precious Metals) 期刊简介

《贵金属》创刊于 1980 年, 为中国有色金属学会和昆明贵金属研究所共同主办的、国内外公开发行的学术季刊。其学风严谨, 视野远阔, 是中国乃至全球唯一的全面报道贵金属 8 个元素科技研究成果的学术刊物。

《贵金属》期刊主要报道内容包括贵金属 (Pt、Pd、Rh、Ir、Os、Ru、Au、Ag) 在冶金、材料、化学、分析测试等科技领域的研究论文、综合评述。

《贵金属》期刊被中国知网、万方、维普等主要检索数据库全文收录, 是美国化学文摘 (CA)、英美金属学会金属文摘 (MA)、美国剑桥科技文摘 (CSA) 等的文献源期刊。

《贵金属》为中文核心期刊 (PKU)、中国科技核心期刊 (ISTIC)、中国科学引文数据库 (CSCD) 来源期刊。

《贵金属》影响因子一直位于国内同类期刊前列 (见附表), 是国内外贵金属科技人员的重要参考资料来源。

附表: 2010-2014 年《贵金属》期刊主要评价指标

评价年份	总被引频次	影响因子	影响因子排名	他引率	基金论文比
2014	352	0.872	3	0.69	0.59
2013	360	0.508	8	0.71	0.65
2012	315	0.420	10	0.59	0.61
2011	317	0.762	3	0.75	0.57
2010	296	0.681	6	0.79	0.55

[数据来源: 中国科学技术信息研究所《中国科技期刊引证报告(核心版)》2011~2015 年版]

[影响因子排名: 在材料科学类/金属材料类期刊中的排名]