

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 629.1—2007

高纯氧化铝化学分析方法 二氧化硅含量的测定 正戊醇萃取钼蓝光度法

Chemical analysis methods of high purity alumina—
Determination of silicon dioxide—
Molybdenum blue photometric method extracted with n-Amyl alcohol

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



前 言

YS/T 629《高纯氧化铝化学分析方法》共分为 5 个部分：

——YS/T 629.1《二氧化硅含量的测定 正戊醇萃取钼蓝光度法》；

——YS/T 629.2《三氧化二铁含量的测定 甲基异丁酮萃取邻二氮杂菲光度法》；

——YS/T 629.3《氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

——YS/T 629.4《氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

——YS/T 629.5《氧化钙、氧化镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

本部分为第 1 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司山东分公司、中国铝业股份有限公司广西分公司参加起草。

本部分主要起草人：石磊、李跃平、张炜华、李瑾。

本部分主要验证人：赵莎莉、祁彦利、韦锋。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

高纯氧化铝化学分析方法

二氧化硅含量的测定

正戊醇萃取钼蓝光度法

1 范围

本部分规定了高纯氧化铝中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铝中二氧化硅含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.012%。

2 方法原理

试料置于微波消解仪中用硫酸分解,在 pH0.80~pH1.10 的硫酸介质中,正硅酸与钼酸盐形成硅钼杂多酸络合物,用氨基磺酸溶液选择还原为硅钼蓝,用正戊醇萃取至有机相中。于分光光度计波长 810 nm 处,测量其吸光度,从而测定二氧化硅量。

3 试剂

3.1 正戊醇:分析纯。

3.2 硫酸(1+1):优级纯。

3.3 硫酸(1+2):优级纯。

3.4 硫酸溶液(2 mol/L):优级纯。

3.5 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(100 g/L):分析纯,必要时过滤,如沉淀较多需重新配制。保存于聚乙烯瓶中。

3.6 氨基磺酸溶液:称取 0.1 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)和 1.0 g 无水亚硫酸钠溶于 100 mL 水中,加入 0.2 mL 冰乙酸。

3.7 氨水:高纯试剂,保存于聚乙烯瓶中。

3.8 对硝基酚指示剂(2 g/L)。

3.9 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 二氧化硅(基准试剂)[预先用玛瑙研钵研细,于 1 000℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.5)中冷却至室温],置于带盖的铂坩埚中,加入 2.5 g 无水碳酸钠(优级纯),混匀。在 950℃高温炉(4.2)中熔融 15 min,取出稍冷。加入热水,低温加热待熔块松动后,将溶液和熔块移入聚四氟乙烯烧杯(4.3)中,在电热板(4.4)加热搅拌,浸取熔块,用水洗净坩埚,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。保存于聚乙烯瓶中,此溶液 1 mL 含 0.5 mg 二氧化硅。

3.10 二氧化硅标准溶液:移取 10.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.9)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,保存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 二氧化硅(用时现配)。

3.11 分析用水为二次去离子水再经石英亚沸蒸馏器蒸馏。

4 仪器

4.1 微波消解仪,附聚四氟乙烯反应罐。

4.2 高温炉:1 000℃ \pm 20℃。

4.3 聚四氟乙烯烧杯:300 mL,带盖。

4.4 电热板:用调压器控制加热温度不高于 250℃。

4.5 干燥器:用活性氧化铝作干燥剂。

4.6 烘箱:300℃±10℃。

4.7 分液漏斗:125 mL。

4.8 分光光度计。

5 试样

5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在 300℃±10℃ 烘干 2 h, 置于干燥器(4.5)中, 冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.500 0 g 试样(5), 精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于微波消解仪聚四氟乙烯反应罐(4.1)中, 加入 10.0 mL 硫酸(3.3), 混匀, 盖好聚四氟乙烯罐盖, 置于微波消解仪(4.1)中, 设置消解程序进行试料的分解。程序结束后, 关闭仪器, 冷却至室温。

6.4.2 按照表 1 将试液(6.4.1)移入 50 mL 聚乙烯烧杯中(二氧化硅质量分数在 0.0020%~0.012% 时, 将试液移入 100 mL 容量瓶中, 定容, 分取 20.00 mL 试液), 加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.8), 混匀, 用氨水(3.7)调至溶液显亮黄色, 滴加硫酸溶液(3.4)至亮黄色刚好消失并过量 2.0 mL, 用水稀释至 37 mL。

表 1

二氧化硅质量分数/%	试料质量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 5~0.002 0	0.500 0	全部	—
>0.002 0~0.012	0.500 0	100	20.00

6.4.3 加入 3.0 mL 钼酸铵溶液(3.5), 摇匀, 放置 15 min, 加入 10.0 mL 硫酸(3.2), 立即加入 3.0 mL 氨基磺酸溶液(3.6), 混匀, 放置 10 min。

6.4.4 将溶液转入分液漏斗(4.7)中, 加入 10.00 mL 正戊醇(3.1), 振荡 1 min, 放置 30 min 后, 弃去水相, 保留有机相, 继续稳定 15 min。

6.4.5 将部分有机相(6.4.4)移入 3 cm 吸收池中, 以正戊醇(3.1)为参比, 于分光光度计(4.8)810 nm 处, 测其吸光度。

6.4.6 将所测得试料溶液的吸光度, 减去随同试剂空白溶液的吸光度后, 在工作曲线上查出相当的二氧化硅量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL 二氧化硅标准溶液(3.10)置于一组 50 mL 聚乙烯烧杯中, 加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.8), 混匀, 用氨水(3.7)调至溶液显亮黄色, 滴加硫酸溶液(3.4)至亮黄色刚好消失并过量 2.0 mL, 用水稀释至 37 mL。以下按 6.4.3~6.4.5 步骤进行。将测得系列标准溶液的吸光度, 减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度, 以二氧化硅量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 测定结果的计算

按公式(1)计算二氧化硅的质量分数:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(\text{SiO}_2)$ ——二氧化硅的质量分数, %;

m_1 ——自工作曲线上查得的二氧化硅质量, 单位为微克(μg);

m_2 ——自工作曲线上查得的空白试验的二氧化硅质量, 单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量, 单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升(mL);

V_0 ——试液的总体积, 单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 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)情况不超过5%, 重复性限(r)按以下数据采用线性内差法求得:

二氧化硅质量分数/%	0.001 1	0.003 0	0.009 6
重复性限 r /%	0.000 3	0.000 5	0.000 6

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

二氧化硅质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 5	0.000 3
>0.001 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.012	0.001 0

9 质量保证和控制

应用标准样品或控制样品, 每月至少对本部分的有效性校核一次。当失效时应找出原因, 纠正后重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用微波消解仪分解试料时的工作条件可参考表 A.1。

表 A.1

步骤	功率/W	消解时间/min	温度/℃	通风时间/min
1	300	5	180	5
2	400	10	200	
3	500	30	230	



YS/T 629.1-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-17868

定价: 10.00 元