

钴化学分析方法 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 3: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
钴化学分析方法
第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法
YS/T 281.3—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 0.75 字数 11 千字
2012年8月第一版 2012年8月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23865 定价 16.00 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)68510107



YS/T 281.3-2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 281《钴化学分析方法》共分为如下 20 个部分：

- 第 1 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 4 部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 5 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 13 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 14 部分：碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 15 部分：砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 16 部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法
- 第 17 部分：铝、锰、镍、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- 第 18 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分：钙、镁、锰、铁、镉、锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 20 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法

本部分为 YS/T 281 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 281.3—1994《钴化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。与 YS/T 281.3—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 测定范围由 0.000 5%~0.002 5%修改为 0.000 50%~0.005 0%；
- 对文本格式进行了修改，补充了质量保证和控制条款，增加了重复性限和再现性限；
- 补充了对试验报告的要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本标准负责起草单位：金川集团有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位：金川集团有限公司。

本部分参加起草单位：深圳市格林美高新技术股份有限公司、北京矿冶研究总院、英德佳纳金属科技有限公司。

本部分主要起草人：文占杰、吕庆成、董丽萍、杜宇春、王莉、魏琼、冯先进、高颖剑、吴迟春、骆月英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 281.3—1994。

6 分析结果的计算

按下式计算硅的质量分数,结果以%表示:

$$w_{\text{Si}} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\%$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查出的硅量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得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2数据采用线性内插法求得:

表2 重复性限

$w_{\text{Si}}/\%$	0.000 53	0.001 6	0.005 0
$r/\%$	0.000 20	0.000 3	0.000 6

7.2 再现性

在再现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再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得:

表3 再现性限

$w_{\text{Si}}/\%$	0.000 53	0.001 6	0.005 0
$R/\%$	0.000 25	0.000 4	0.000 7

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法过程的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

9 试验报告

——试样;

——使用的标准(包括发布或出版年号);

钴化学分析方法

第3部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 281的本部分规定了钴中硅含量的测定方法。

本部分适用于钴中硅含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.005 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解并蒸至粘稠状,加入氢氟酸使其中不溶性二氧化硅生成可溶性的单硅酸。在pH1.0~1.5时,硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸,于硫酸介质中用正丁醇萃取,有机相用硫酸联胺和氯化亚锡将硅钼黄还原成硅钼蓝,于分光光度计波长630 nm处测量其吸光度。

3 试剂

除有特殊说明,所用试剂均为高纯试剂,制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水或相当纯度的实验室用水。试剂配制后均贮存于塑料瓶中。

- 3.1 钼酸铵。
- 3.2 硫酸联胺,优级纯。
- 3.3 氯化亚锡,优级纯。
- 3.4 硼酸。
- 3.5 柠檬酸,优级纯。
- 3.6 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。
- 3.7 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。
- 3.8 硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)。
- 3.9 氢氟酸($\rho=1.15 \text{ g/mL}$)。
- 3.10 氢氧化铵($\rho=0.90 \text{ g/L}$)。
- 3.11 正丁醇,分析纯。
- 3.12 盐酸(1+1)。
- 3.13 硝酸(1+1)。
- 3.14 硫酸(1+3)。
- 3.15 硫酸(7+93)。
- 3.16 硫酸(1.5+98.5)。
- 3.17 氢氟酸(1+1)。
- 3.18 氨水(1+1)。
- 3.19 硼酸饱和溶液:以硼酸(3.4)配制。