

ICS 71.100.10
H 21

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.6—2006
代替 YS/T 273.6—1994

YS/T 273.6—2006

冰晶石化学分析方法 和物理性能测定方法 第 6 部分：钼蓝分光光度法 测定二氧化硅含量

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 6: Determination of silica content by the molybdenum blue photometric

中华人民共和国有色金属
行业标准
冰晶石化学分析方法
和物理性能测定方法
第 6 部分：钼蓝分光光度法
测定二氧化硅含量
YS/T 273.6—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.bzcbs.com

电话：68523946 68517548

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 0.5 字数 8 千字
2006 年 9 月第一版 2006 年 9 月第一次印刷

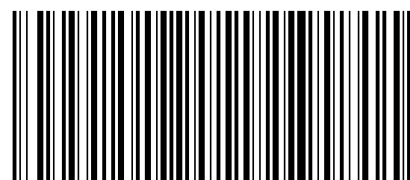
*

书号：155066·2-17130 定价 8.00 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)68533533



YS/T 273.6—2006

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

4.3 高温炉:能控制温度在 $825^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 pH计:配有玻璃电极。

5 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1 g 干燥试样(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 称取 12 g 无水碳酸钠(3.1)和 4 g 硼酸(3.2)置于铂皿(4.1)中,加入试料(6.1),小心地用铂勺混匀,盖上铂盖。

6.4.2 将皿放入电炉(4.2)中,小心地用支架使皿离开炉底面,以免引入杂质。在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 保持到反应平稳(约需 30 min),然后将皿移入能控制 $825 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 的电炉(4.3)中,将皿按前面同样方法使其离开炉底面。使皿在此温度保持 30 min(空白熔 5 min),取出铂皿,于空气中冷却。

6.4.3 向皿中加入沸水,并缓缓加热,直到熔块溶解,稍冷后,将溶液移入盛有 20 mL 硝酸溶液(3.3)的 250 mL 聚乙烯烧杯中。用 18 mL 硝酸溶液(3.3)溶解粘在皿壁上的残渣(主要是三氧化二铁),并小心用热水洗涤皿及皿盖,洗液收集于聚乙烯烧杯中。在近沸温度下加热数分钟,直到盐类完全溶解,冷却,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.4.4 按表 1 分取试液(6.4.3),置于 100 mL 容量瓶中。

表 1

二氧化硅的质量分数/%	试料量/g	分取试液体积/ mL
0.010~0.100	1.000	25.0
>0.100~0.300	1.000	10.0
>0.300~0.500	1.000	5.0

6.4.5 用滴定管滴加硝酸(3.3),调整 pH 值,用水稀释体积至 60 mL 时,pH 应在 0.85~0.90 之间(pH 计检查)。往各容量瓶中各加入 5 mL 钼酸钠溶液(3.4),混匀,于 $20^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$ 放置 15 min~25 min。然后加入 5 mL 酒石酸溶液(3.5),11 mL 硫酸溶液(3.6),最后加入 2 mL 还原溶液(3.7.1 或 3.7.2)混匀,稀释至刻度,放置 10 min(不超过 40 min)。

6.4.6 将部分溶液(6.4.5)移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 815 nm 处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试样的空白吸光度后,从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按分析步骤 6.4.1~6.4.3 进行操作,制备基底溶液(不加试样)。

6.5.2 移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.10)于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 20.0 mL 基底溶液(6.5.1),以下按分析步骤 6.4.5 进行操作。

6.5.3 将部分溶液(6.5.2)移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 815 nm 处测量其吸光度。减去试剂空白吸光度后,以二氧化硅量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分:

——第 1 部分:重量法测定湿存水含量;

——第 2 部分:灼烧减量的测定;

——第 3 部分:蒸馏—硝酸钍容量法测定氟含量;

——第 4 部分:EDTA 容量法测定铝含量;

——第 5 部分:火焰原子吸收光谱法测定钠含量;

——第 6 部分:钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量;

——第 7 部分:邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量;

——第 8 部分:硫酸钡重量法测定硫酸根含量;

——第 9 部分:钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量;

——第 10 部分:重量法测定游离氧化铝含量;

——第 11 部分:X 射线荧光光谱分析法测定硫含量;

——第 12 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量;

——第 13 部分:试样的制备和贮存。

本部分为第 6 部分。

本部分是对 YS/T 273.6—1994 的修订,除进行编辑整理外,增加了精密度和质量保证与控制两章,其他内容基本没有变化。

本部分代替 YS/T 273.6—1994。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分主要起草人:张莉莉、孙宇飞、朱起顺、张颖、计春雷、初中慧、王红丽。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替的历次版本发布情况为:

——YS/T 273.6—1994。