

中华人民共和国国家标准



YS/T535.3-2006

氟化钠化学分析方法 钼蓝光度法测定硅量

UDC 661.833.316
:543.06

GB 8158.3—87
ISO 3430—1976

Methods for chemical analysis of sodium fluoride
The molybdenum blue photometric
method for the determination of
silica content

调整为: YS/T 535.3 - 2006

本标准适用于氟化钠中硅量(以二氧化硅表示)的测定。测定范围: 0.02~1.00%。

本标准不适用于含五氧化二磷量大于0.02%试样中硅量的测定。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等同采用国际标准ISO 3430—1976《主要用于制铝工业的氟化钠——二氧化硅量的测定——还原硅钼酸盐分光光度法》。

1 方法提要

试样用碳酸钠和硼酸混合剂熔融,酸化,分取试液,调节pH为0.85~0.90,使硅与钼酸盐形成黄色硅钼杂多酸,在高酸度硫酸介质及酒石酸存在下,用还原剂还原成硅钼蓝,于分光光度计波长815 nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 无水碳酸钠。

2.2 硼酸。

2.3 硝酸溶液(8 mol/L)。

2.4 钼酸钠溶液(19.5%):

称取19.5 g二水合钼酸钠置聚四氟乙烯杯中,加热水溶解,冷却后稀释至100 ml,混匀。此溶液贮放在聚乙烯瓶中。

2.5 酒石酸溶液(10%):

称取10 g酒石酸用水溶解,稀释至100 ml混匀,此溶液保存于聚乙烯瓶中。

2.6 硫酸溶液(8 mol/L)。

2.7 还原溶液,下面两种溶液任选一种。

2.7.1 1.2.4酸溶液:

称取7 g无水亚硫酸钠溶解在50 ml水中,再加入1.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸。另称取90 g 偏二硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)溶解在900 ml水中。混合两种溶液,稀释至1 L,混匀。将溶液保存于棕色瓶中,置于阴凉处。

2.7.2 抗坏血酸溶液(2%),使用时配制。

2.8 二氧化硅标准贮存溶液: 称取0.5000 g预先在1000℃灼烧1 h,并置干燥器冷却的二氧化硅(99.9%以上),置于铂坩埚中。往坩埚中加入5 g碳酸钠(2.1)用铂勺混匀,放入950℃高温炉中小心地熔融(约10 min),冷却,加入热水,微微加热至完全溶解,冷却,将溶液小心地移入1 L容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即倒入聚乙烯瓶中。

此标准溶液 1 ml 含 0.500 mg 二氧化硅。

2.9 二氧化硅标准溶液：移取 40.0 ml 二氧化硅标准贮存溶液 (2.8)，放入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

该溶液 1 ml 含 0.020 mg 二氧化硅，使用时配制。

2.10 二氧化硅标准溶液 (1 ml 含 0.005 mg 二氧化硅)：移取 50.0 ml 二氧化硅标准溶液 (2.9) 于 200 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1 ml 含 0.005 mg 二氧化硅。使用时配制。

3 仪器和设备

一般实验室用仪器设备以及

- 3.1 铂皿：平底，直径 70 mm，高 35 mm 配有铂盖。
- 3.2 电炉：能控制温度在 550 ± 25 °C。
- 3.3 电炉：能控制温度在 750 ± 25 °C。
- 3.4 pH 计：配备玻璃电极。
- 3.5 分光光度计。

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取两份试样平行进行测定，取其平均值。

4.2 试样量

称取 1.000 g 干燥试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 称取 12 g 碳酸钠 (2.1) 及 4 g 硼酸 (2.2) 放入铂皿 (3.1) 中，小心混匀，加入试样量 (4.2) 并用铂勺小心混匀，盖好皿盖。

4.4.2 将皿放进能控制在 550 ± 25 °C 的电炉 (3.2) 中，用支架将皿与炉底隔开 (最好用铂金架) 以免引进杂质，在 550 ± 25 °C，保持到反应平静为止 (约 30 min)。

然后将铂皿放入能控制在 750 ± 25 °C 的电炉中，至少保持 20 min (空白不超过 5 min)。将皿取出，于空气中冷却。

4.4.3 向皿中加沸水，慢慢加热，直到熔块溶解，稍稍冷却后，将溶液慢慢移入盛有 20 ml 硝酸溶液 (2.3) 的 250 ml 聚乙烯杯中。

用 18 ml 硝酸溶液 (2.3) 溶解沾在壁上的残留物 (主要是三氧化二铁)。

再用热水洗铂皿和皿盖，将全部混合液移入同一杯中。

在近沸温度下加热数分钟，直到完全溶解。冷却，移入 250 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.4.4 按表 1 分取试液 (4.4.3)，置于 100 ml 容量瓶中。