



YS/T281.3-1994

中华人民共和国国家标准

钴化学分析方法
钼蓝分光光度法测定硅量Cobalt— Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometric methodUDC 669.25
:543.062~~GB 8648.3-88~~

YS/T 281.3-94

967786

本标准适用于钴中硅含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.002 5%。

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》。

1 方法提要

试样用硝酸溶解并蒸至稠浆状,其中不溶性二氧化硅,加入氢氟酸使其生成可溶性的单硅酸。在 pH 1.0~1.5 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钼蓝,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。

2 试剂

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水。试剂配制后均贮存于塑料瓶中。

2.1 硝酸(1+1),高纯。

2.2 硫酸(1+3),高纯。

2.3 硫酸(7+93),高纯。

2.4 氢氟酸(1+1),高纯。

2.5 硼酸饱和溶液,高纯。

2.6 钼酸铵溶液(10%):称取 10 g 高纯钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 溶于 80 mL 热水中,冷却。用水稀释至 100 mL,混匀。

2.7 硫酸联胺溶液(0.25%),优级纯。用高纯硫酸(1.5+98.5)配制。

2.8 氯化亚锡溶液(10%):称取 10 g 优级纯氯化亚锡 $(SnCl_2 \cdot 2H_2O)$ 溶于高纯盐酸(1+1)中并稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

2.9 柠檬酸溶液(50%),优级纯。

2.10 正丁醇。

2.11 硅标准贮存溶液:称取 0.214 2 g 二氧化硅($>99.9\%$)于铂坩埚中,加入 5 g 优级纯无水碳酸钠,混匀,加盖,置于 400℃ 的马弗炉中,升温至 900℃,熔融 1 h,取出,冷却。用水洗净坩埚外壁,置于聚四氟乙烯杯中,加 100 mL 热水低温溶解,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 μ g 硅。2.12 硅标准溶液:移取 50.00 mL 硅标准贮存溶液(2.11)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μ g 硅。

3 仪器

3.1 分光光度计。