

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 535.3—2009
代替 YS/T 535.3—2006

氟化钠化学分析方法 第 3 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of sodium fluoride—
Part 3: Determination of silica content—
Molybdenum blue photometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 535《氟化钠化学分析方法》共分为 10 个部分：

- 第 1 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍滴定容量法；
- 第 3 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 5 部分：可溶性硫酸盐含量的测定 浊度法；
- 第 6 部分：碳酸盐含量的测定 重量法；
- 第 7 部分：酸度的测定 中和法；
- 第 8 部分：水不溶物含量的测定 重量法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 浊度法；
- 第 10 部分：试样的制备和贮存。

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 535.3—2006(原 GB/T 8158.3—1987)。

本部分是对 YS/T 535.3—2006《氟化钠化学分析方法 钼蓝光度法测定硅量》的修订，与 YS/T 535.3—2006 相比，增加了精密度和质量保证与控制等内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人：原建昌、冯颖新、杨丽梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 535.3—2006(原 GB/T 8158.3—1987)。

氟化钠化学分析方法

第3部分：硅含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了氟化钠中硅含量(以二氧化硅表示)的测定方法。

本部分适用于氟化钠中硅含量(以二氧化硅表示)的测定。测定范围(质量分数):0.02~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

YS/T 535.10—2009 氟化钠化学分析方法 第10部分:试样的制备与贮存

3 方法提要

试料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。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硼酸。

4.3 硝酸溶液(8 mol/L)。

4.4 钼酸钠溶液(195 g/L):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。

4.5 酒石酸溶液(100 g/L):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。

4.6 硫酸溶液(8 mol/L)。

4.7 还原溶液:任选下面一种溶液。

4.7.1 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶液: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。

4.7.2 抗坏血酸溶液(20 g/L),使用时配制。

4.8 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 预先在 1 000 °C 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(4.1)用铂勺混匀,放入 950 °C 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。

4.9 二氧化硅标准溶液:移取 40.0 mL 二氧化硅标准贮存溶液(4.8),放入 1 000 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。