

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 534.3—2007
代替 YS/T 534.3—2006

氢氧化铝化学分析方法 第 3 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法

Chemical analysis methods of aluminium hydroxide
—Part 3: Determination of silicon dioxide content
—Molybdenum blue photometric method

2007-11-14 发布

2008-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 534—2007《氢氧化铝化学分析方法》是对 YS/T 534—2006(原 GB/T 6610—2003)的修订,共分为 5 部分:

- 第 1 部分:水分的测定 重量法
- 第 2 部分:烧失量的测定 重量法
- 第 3 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法
- 第 4 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法
- 第 5 部分:氧化钠含量的测定

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 534.3—2006(原 GB/T 6610.3—2003)。

本部分是对 YS/T 534.3—2006《氢氧化铝化学分析方法 第 3 部分:二氧化硅含量的测定钼蓝光度法》的编辑性整理。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司山东分公司起草。

本部分主要起草人:张文诚、程亚娟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 534.3—2006(原 GB/T 6610.3—2003)。

氢氧化铝化学分析方法

第3部分：二氧化硅含量的测定

钼蓝光度法

1 范围

本部分规定了氢氧化铝中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于氢氧化铝中二氧化硅含量的测定。测定范围：0.005%~0.230%。

2 方法原理

试料用碳酸钠-硼酸熔融，将熔融物用硝酸溶解后，在 pH 0.80~pH 0.85 的硝酸介质中，使硅酸与钼酸形成硅钼杂多酸。然后，在酒石酸-硫酸介质中，用氨基磺酸或抗坏血酸选择还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 815 nm 处，测量其吸光度。

磷、钒共存时，其 $w(V_2O_5 + P_2O_5) \leq 0.02\%$ 对测定无影响。

3 试剂

3.1 硼酸：优级纯。

3.2 无水碳酸钠：优级纯。

3.3 硫酸：(1+1)。

3.4 硝酸：(3.00 mol/L)。

3.5 混合酸：称取 33.0 g 酒石酸溶于水中，加水至 60 mL，混匀（必要时过滤）。加硫酸(3.3)至 1 000 mL，混匀。如溶液发黄需另配。

3.6 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 溶液(100 g/L)：必要时过滤，如沉淀较多需重配。贮存于聚乙烯瓶中。

3.7 还原剂

3.7.1 氨基磺酸溶液：将 7.00 g 无水亚硫酸钠溶解于 50 mL 水中，加入 1.50 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($C_{10}H_9NO_4S$)，搅拌使之溶解。在另一烧杯中，将 90.00 g 无水偏重亚硫酸钠($Na_2S_2O_5$)溶解于 900 mL 水中。将两种溶液合并，并稀释至 1 000 mL，混匀。使用前用慢速定量滤纸过滤。此溶液低温避光贮存于聚乙烯瓶中，可稳定 20 天。

3.7.2 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)溶液(20 g/L)：使用时配制。

3.8 二氧化硅标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 基准试剂二氧化硅(预先用玛瑙研钵研细，于 1 000℃灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温)，置于铂坩埚中，加入 5.0 g 碳酸钠(3.2)，搅匀，再覆盖 0.5 g，盖上坩埚盖，置于 950℃高温炉中熔融 12 min，取出稍冷。加入热水，低温加热待熔块松动后，将溶液和熔块移入聚四氟乙烯烧杯中，用热水充分洗净坩埚和盖。将烧杯置于电热板上，加热至熔块全部溶解后，取下冷却至室温。将溶液移入预先加有约 600 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 二氧化硅。

3.9 二氧化硅标准溶液：移取 25.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 25 μ g 二氧化硅。使用时配制。

3.10 基体溶液：称取 13.0 g 碳酸钠(3.2)缓慢加入预先盛有 253 mL 硝酸(3.4)的 1 000 mL 烧杯中，加入 36.8 g 硝酸铝 $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$ 、5.0 g 硼酸(3.1)，加水至约 500 mL，加热煮沸，滴加高锰酸钾