



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

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

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

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。

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

1 范围

本部分规定了冰晶石中二氧化硅的测定方法。

本部分适用于冰晶石中二氧化硅的测定。测定范围:0.01%~0.60%。

2 方法提要

试料用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融,硝酸酸化。分取试液,在 pH 0.85~pH 0.90 之间,使硅与钼酸盐形成黄色硅钼杂多酸。在高酸度硫酸介质中,在酒石酸存在下,经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。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 硼酸。

3.3 硝酸溶液(8 mol/L)。

3.4 钼酸钠溶液(195 g/L):在聚乙烯杯中,用热水溶解 19.5 g 二水合钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),冷却后,稀释至 100 mL,混匀。保存于聚乙烯瓶中。

3.5 酒石酸溶液(100 g/L)。

3.6 硫酸溶液(8 mol/L)。

3.7 还原溶液:可任选以下一种溶液。

3.7.1 1,2,4-酸溶液:称取 7 g 无水亚硫酸钠溶解于 50 mL 水中,加入 1.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,另称取 90 g 偏二亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)溶解于 900 mL 水中。将两溶液混合并稀释至 1 L,混匀。保存于棕色瓶中,于阴凉处放置。

3.7.2 抗坏血酸(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 研细的预先在 1 000℃灼烧 1 h,并在干燥器中冷却至室温的二氧化硅(99.9%以上),置于铂坩埚中,向其内加入 5 g 无水碳酸钠,用铂勺充分混匀,置高温炉内于 950℃小心熔融(约 10 min),取出冷却,往坩埚中加入热水,慢慢加热至完全溶解。冷却溶液小心移入 1 L 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。立即倒入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.500 mg 二氧化硅。

3.9 二氧化硅标准溶液 a:移取 40.0 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.8)于 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.020 mg 二氧化硅。该溶液使用前现配制。

3.10 二氧化硅标准溶液 b:移取 50.0 mL 二氧化硅标准溶液(3.9)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 二氧化硅,使用前新配制。

4 仪器

4.1 铂皿:平底,直径 70 mm,高 35 mm,带铂盖。

4.2 电炉:能控制温度在 550℃±25℃。