



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 629.1—2007

高纯氧化铝化学分析方法 二氧化硅含量的测定 正戊醇萃取钼蓝光度法

Chemical analysis methods of high purity alumina—
Determination of silicon dioxide—
Molybdenum blue photometric method extracted with n-Amyl alcohol

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯氧化铝化学分析方法
二氧化硅含量的测定
正戊醇萃取钼蓝光度法
YS/T 629.1—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年7月第一版

*

书号:155066·2-17868

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

YS/T 629《高纯氧化铝化学分析方法》共分为 5 个部分：

- YS/T 629.1《二氧化硅含量的测定 正戊醇萃取钼蓝光度法》；
- YS/T 629.2《三氧化二铁含量的测定 甲基异丁酮萃取邻二氮杂菲光度法》；
- YS/T 629.3《氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；
- YS/T 629.4《氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》；
- YS/T 629.5《氧化钙、氧化镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

本部分为第 1 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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、中国铝业股份有限公司广西分公司参加起草。

本部分主要起草人：石磊、李跃平、张炜华、李瑾。

本部分主要验证人：赵莎莉、祁彦利、韦锋。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

高纯氧化铝化学分析方法

二氧化硅含量的测定

正戊醇萃取钼蓝光度法

1 范围

本部分规定了高纯氧化铝中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铝中二氧化硅含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.012%。

2 方法原理

试样置于微波消解仪中用硫酸分解,在 pH0.80~pH1.10 的硫酸介质中,正硅酸与钼酸盐形成硅钼杂多酸络合物,用氨基磺酸溶液选择还原为硅钼蓝,用正戊醇萃取至有机相中。于分光光度计波长 810 nm 处,测量其吸光度,从而测定二氧化硅量。

3 试剂

3.1 正戊醇:分析纯。

3.2 硫酸(1+1):优级纯。

3.3 硫酸(1+2):优级纯。

3.4 硫酸溶液(2 mol/L):优级纯。

3.5 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(100 g/L):分析纯,必要时过滤,如沉淀较多需重新配制。保存于聚乙烯瓶中。

3.6 氨基磺酸溶液:称取 0.1 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)和 1.0 g 无水亚硫酸钠溶于 100 mL 水中,加入 0.2 mL 冰乙酸。

3.7 氨水:高纯试剂,保存于聚乙烯瓶中。

3.8 对硝基酚指示剂(2 g/L)。

3.9 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 二氧化硅(基准试剂)[预先用玛瑙研钵研细,于 1 000℃灼烧 2 h,置于干燥器(4.5)中冷却至室温],置于带盖的铂坩埚中,加入 2.5 g 无水碳酸钠(优级纯),混匀。在 950℃高温炉(4.2)中熔融 15 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(4.3)中,在电热板(4.4)加热搅拌,浸取熔块,用水洗净坩埚,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。保存于聚乙烯瓶中,此溶液 1 mL 含 0.5 mg 二氧化硅。

3.10 二氧化硅标准溶液:移取 10.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.9)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,保存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 二氧化硅(用时现配)。

3.11 分析用水为二次去离子水再经石英亚沸蒸馏器蒸馏。

4 仪器

4.1 微波消解仪,附聚四氟乙烯反应罐。

4.2 高温炉:1 000℃ \pm 20℃。

4.3 聚四氟乙烯烧杯:300 mL,带盖。

4.4 电热板:用调压器控制加热温度不高于 250℃。

4.5 干燥器:用活性氧化铝作干燥剂。