ICS 77.120
H 71

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 574.3—2009
代替 YS/T 574.3—2006

电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

Methods for chemical analysis of zirconium powder for electro-vacuum uses—The molybdenum blue spectrophotometric method for determination of silicon

2009-12-04 发布　　2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　言

YS/T 574《电真空用锆粉化学分析方法》分为八个部分：

——YS/T 574.1　电真空用锆粉化学分析方法　重量法测定总锆及活性锆量；

——YS/T 574.2　电真空用锆粉化学分析方法　磺基水杨酸分光光度法测定铁量；

——YS/T 574.3　电真空用锆粉化学分析方法　钼蓝分光光度法测定硅量；

——YS/T 574.4　电真空用锆粉化学分析方法　钼蓝分光光度法测定磷量；

——YS/T 574.5　电真空用锆粉化学分析方法　电感耦合等离子体发射光谱法测钙、镁量；

——YS/T 574.6　电真空用锆粉化学分析方法　铬天青 S 分光光度法测定铝量；

——YS/T 574.7　电真空用锆粉化学分析方法　次甲基蓝分光光度法测定硫量；

——YS/T 574.8　电真空用锆粉化学分析方法　惰性气氛加热热导法测定氢量。

本部分为 YS/T 574 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 574.3《电真空用锆粉化学分析方法　钼蓝光度法测定硅》(原 GB/T 3256.3—1982)。

本部分与 YS/T 574.3—2006 相比主要变化如下：

——补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由西部金属材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中信锦州铁合金股份有限公司、西北有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：江燕妮、周金芝、叶红川、李波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 574.3—2006。

电真空用锆粉化学分析方法
钼蓝分光光度法测定硅量

1 范围

本部分规定了电真空用锆粉中硅量的测定。

本部分适用于电真空用锆粉中硅量的测定。测定范围(质量分数):0.01%～0.15%。

2 方法原理

试料用氢氟酸溶解,以硼酸掩蔽氟离子。加入钼酸铵使硅酸离子与其生成硅钼黄杂多酸,加入草酸-硫酸混合酸消除磷、砷的干扰。用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原成硅钼蓝,于分光光度计 700 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次去离子水。

3.1 硼酸,优级纯。

3.2 纯锆,含硅量小于 0.002%。

3.3 氢氟酸(市售 40%):优级纯

3.4 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

3.5 硫酸(1+4)。

3.6 草酸-硫酸混合酸:称取 25 g 草酸,置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水、100 mL 硫酸(3.4)使之溶解,冷却至室温,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.7 高锰酸钾溶液(1 g/L)。

3.8 钼酸铵溶液(50 g/L)。

3.9 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L):称取 6 g 硫酸亚铁铵,置于 200 mL 烧杯中,加入 2 mL 硫酸(3.5),用水稀释至 100 mL,搅拌使之溶解,过滤后使用(有效期 3 天)。

3.10 硅标准贮存溶液:称取 0.213 9 g 预先在 1 000 ℃灼烧 1 h 的二氧化硅,置于铂坩埚中,加入 2 g～3 g 无水碳酸钠,混匀。于 900 ℃高温炉中熔融 5 min～7 min,取出冷却至室温。置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 热水,加热使熔融物溶解。取下用水洗净坩埚,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

3.11 硅标准溶液:移取 100.00 mL 硅标准贮存溶液(3.10)置于 500 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。溶液 1 mL 含 20 μg 硅。

4 仪器

分光光度计。

5 实验步骤

5.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白实验

随同试料做空白试验。