

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 953.2—2014

火法冶炼镍基体料化学分析方法 第 2 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法

Methods for chemical analysis of fire smelting nickel substrate material—
Part 2: Determination of silicon content—
Molybdsilicate blue spectrophotometric method and perchloric
acid dehydration gravimetric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 953《火法冶炼镍基体料化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法；
- 第 2 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 6 部分：钴量的测定 5-Cl-PADAB 分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铜量的测定 双环己酮草酰二胺分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镍、铬、锰、钴、铜、磷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铅、砷、镉、汞量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 953 的第 2 部分，其中方法 2 为仲裁法。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中宝滨海镍业有限公司。

本部分方法 1 起草单位：中宝滨海镍业有限公司。

本部分方法 1 参与起草单位：广西银亿科技矿冶公司、广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)、中华人民共和国常熟出入境检验检疫局。

本部分方法 1 主要起草人：周建男、刘宪彬、白艳茹、曹国华、崔安芳、谢辉、黄葡英、张天姣、刘烽、张维伟。

本部分方法 2 起草单位：中宝滨海镍业有限公司、山西太钢不锈钢股份有限公司。

本部分方法 2 参与起草单位：北京有色金属研究院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局。

本部分方法 2 主要起草人：周建男、刘宪彬、郑津津、刘爱坤、戴学谦、乌静、佟玲、王秀颖、蒋晓光。

火法冶炼镍基体料化学分析方法

第 2 部分:硅量的测定

硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法

1 范围

YS/T 953 的本部分规定了硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法测定火法冶炼镍基体料中硅量。

本部分适用于火法冶炼镍基体料中硅量的测定。方法 1 测定范围为 0.10%~2.00%;方法 2 测定范围为 0.50%~6.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法 1 硅钼蓝分光光度法

3.1 方法提要

试料用硫硝酸混酸溶解。在弱酸性介质中,硅酸与钼酸铵生成硅钼杂多酸,在草酸存在下将其还原为硅钼蓝,于分光光度计 810 nm 波长处,测量吸光度,计算硅量。

3.2 试剂

除另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或与其纯度相当的水。

3.2.1 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2.3 硫硝酸混酸(硫酸:硝酸:水=50:8:942)。

3.2.4 高锰酸钾溶液(40 g/L)。

3.2.5 过氧化氢(1+4)。

3.2.6 钼酸铵溶液(50 g/L)。

3.2.7 草酸溶液(50 g/L)。

3.2.8 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L):每 100 mL 含 5 mL 硫酸。

3.2.9 硅标准溶液。

3.2.9.1 硅标准贮存溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.214 0 g 经 1 100 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的二氧化硅($w_{\text{Si}} \geq 99.9\%$)于铂金坩埚中,加入 8 g 无水碳酸钠,充分混匀后,于 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 熔融 30 min,取出冷却,于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,以适量水浸取并洗净铂金坩埚,然后将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

3.2.9.2 硅标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$):移取 10.00 mL 硅标准溶液(3.2.9.1)于 100 mL 聚乙烯容量瓶中,以