



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 710.5—2009

氧化钴化学分析方法 第 5 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

Method for chemical analysis of cobalt oxide—
Part 5: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

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 710《氧化钴化学分析方法》共分为 6 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 4 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：钙、镉、铜、铁、镁、锰、镍、铅和锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 710 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 F。与 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 F 相比，本部分主要有如下变动：

- 用钼蓝分光光度法代替发射光谱法；
- 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。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、赣州钴钨有限责任公司。

本部分主要起草人：张毅、向德磊、董丽萍、王小琴、李能华、万建红。

氧化钴化学分析方法

第5部分:硅量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 710 的本部分规定了氧化钴中硅量的测定方法。

本部分适用于氧化钴中硅量的测定。测定范围:0.001 0%~0.050%。

2 方法提要

试料用高氯酸溶解并蒸至近干,其中不溶性二氧化硅,加入氢氟酸溶解。在 pH1.5 时,硅与钼酸铵形成钼黄杂多酸,于硫酸介质中用正丁醇萃取,有机相用硫酸联胺和氯化亚锡还原成钼蓝,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为超纯水。试剂配制后均贮存于塑料瓶中。

3.1 市售试剂

3.1.1 氢氟酸,优级纯。

3.1.2 正丁醇。

3.2 溶液

3.2.1 高氯酸(1+1),优级纯。

3.2.2 硫酸(1+3),超纯。

3.2.3 硫酸(7+93),超纯。

3.2.4 硼酸饱和溶液,高纯。

3.2.5 钼酸铵溶液(100 g/L):称取 10 g 钼酸铵(优级纯)溶于 80 mL 热水中,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀,过滤使用。

3.2.6 柠檬酸溶液(500 g/L),优级纯。

3.2.7 硫酸联胺溶液(2.5 g/L):优级纯,用高纯硫酸(1.5+98.5)配制。

3.2.8 氯化亚锡(100 g/L):称取 10 g 氯化亚锡溶于高纯盐酸(1+1)中并稀释至 100 mL,混匀,有效期 5 天。

3.2.9 氨水,高纯。

3.3 标准溶液

3.3.1 硅标准贮存溶液:称取 0.214 2 g 二氧化硅($w_{\text{SiO}_2} \geq 99.9\%$)于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠(优级纯),混匀,加盖,置于 400 °C 的马弗炉中,升温至 900 °C,熔融 1 h,取出水洗净坩埚外壁,置于聚四氟乙烯烧杯中,加 100 mL 热水低温溶解,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

3.3.2 硅标准溶液:移取 50.00 mL 硅标准贮存溶液(3.3.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

4 仪器

分光光度计。