氟化钠化学分析方法

第3部分：二氧化硅含量的测定

钼蓝分光光度法

Determination of chemical content of sodium fiuoride—

Part 3: Determination of  [silica](https://fanyi.so.com/#silicon%20dioxide)  content—

 Molybdenum blue [photometric method](http://dict.youdao.com/w/spectrophotometric%20method/#keyfrom=E2Ctranslation)

（预审稿）

 YS/T 535.3-202X

代替YS/T 535.3-2009

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

**ICS 71.100.10**

**CCS H30**

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

****

1. 前 言
2. 本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。
3. 本文件是YS/T 535《氟化钠化学分析方法》的第2部分。YS/T535已经发布了以下部分：

——第1部分 湿存水含量的测定 重量法；

——第2部分 氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍滴定容量法；

——第3部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第4部分 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；

——第5部分 可溶性硫酸盐含量的测定 浊度法；

——第6部分 碳酸盐含量的测定 重量法；

——第7部分 酸度的测定 中和法；

——第8部分 水不溶物含量的测定 重量法；

——第9部分 氯含量的测定 浊度法；

——第10部分 试样的制备和贮存

 本部分为YS/T 535的第3部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替YS/T 535.3-2009 《氟化钠化学分析方法 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法》。与YS/T 535.3-2009相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——修改了称样量和熔剂加入量；

——修改了显色剂和显色条件，还原时不再加入硫酸；

——修改了主要操作步骤，减少了调酸度的步骤；

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：

本部分主要起草人：

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——1994年首次发布为YS/T 535.3-1994 《氟化钠化学分析方法 第3部分 硅含量的测定 钼蓝分光光度法》；

1. ——2006年为第一次修订；
2. ——2009年为第二次修订；

——本次为第三次修订。

氟化钠化学分析方法

第3部分：二氧化硅含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

 本文件规定了氟化钠中硅含量（以二氧化硅表示）的测定方法。

 本文件适用于氟化钠中硅含量（以二氧化硅表示）的测定。测定范围：0.02%～1.60%。

2规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

 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 0.8～1.0时，加入钼酸铵使硅形成黄色硅钼杂多酸。在酒石酸存在下加入抗坏血酸溶液，将硅钼杂多酸还原成硅酸钼蓝，于分光光度计波长815 nm处测量其吸光度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和符合GB/T 6682要求的三级水。

5.1 无水碳酸钠，优级纯。

5.2 硼酸，优级纯。

5.3 硝酸（1+1），优级纯。

5.4 钼酸铵溶液（100 g / L）。

5.5 酒石酸溶液（300 g / L）。

5.6 抗坏血酸（20 g / L）使用时配制。

5.7 二氧化硅标准贮存溶液：称取0.5000 g预先在1000℃灼烧1 h并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅（$w\_{SiO\_{2}}$＞99.9%以上）和5 g无水碳酸钠（5.1）、2 g硼酸（5.2），置于铂坩埚中混匀，置于950℃的高温炉熔融至熔体透明，冷却，加入热水并加热至熔块完全溶解，冷却至室温，移入1 L容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含二氧化硅0.5 mg。

5.8 二氧化硅标准溶液：移取10.00 mL二氧化硅标准贮存溶液（5.7），置于250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含二氧化硅20 μg。

6 仪器设备

6.1 铂坩埚：50 mL，带有铂盖。

6.2 高温炉：能控制温度在850℃±20℃。

6.3 聚四氟乙烯烧杯：300 mL。

6.4 分光光度计。

7 试样

样品研磨混匀后通过74 μm标准筛，在110℃±5℃烘箱中烘干2 h，于干燥器中冷却至室温。

8 分析步骤

8.1 试料

称取0.2g试样（5），精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

 平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

 随同试料做试剂空白试验

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于铂坩埚（6.1）中，加入6 g无水碳酸钠（5.1）和2 g硼酸（5.2），用铂勺混匀，盖上铂盖。放入已升温至850℃±20℃的高温炉（6.2）中，熔融30 min（空白试验熔融5 min），取出铂坩埚，于空气中冷却。

8.4.2 向坩埚中加入热水并加热使熔块溶解后，将试液移入盛有20 mL硝酸（5.3）的300 mL聚四氟乙烯烧杯（6.3）中，用10 mL硝酸（5.3）溶解粘在坩埚壁上的残渣，用热水洗涤坩埚及坩埚盖，将溶液并入聚四氟乙烯烧杯中，加热至盐类全部溶解，取下聚四氟乙烯烧杯，流水冷至室温，将溶液移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 按表1分取上述试液，置于100 mL容量瓶中，并补加一定量的试剂空白溶液，加水稀释至约70 mL，加入5 mL钼酸铵溶液（5.4），混匀。放置15 min～25 min。然后加入5 mL酒石酸溶液（5.5），混匀，加入5 mL抗坏血酸溶液（5.6），以水稀释至刻度，混匀。放置15 min。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 二氧化硅含量/％ | 试液量/mL | 分取试液量/mL | 试剂空白溶液加入量/mL |
| 0.02~1.00 | 250 | 20.00 | 0 |
| 1.00~1.60 | 250 | 10.00 | 10.0 |

8.4.4 将溶液（8.4.3）移入1 cm吸收池中，以水为参比。于分光光度计波长815 nm处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试料的试剂空白吸光度后，从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL，2.00 mL，4.00 mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00 mL二氧化硅标准溶液（5.8），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入20 mL试剂空白溶液，以下按8.4.3进行。

8.5.2 将部分溶液（8.5.1）移入1 cm吸收池中，以水为参比，于分光光度计波长815 nm处测量其吸光度。减去试剂空白溶液吸光度后，以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 分析结果的计算

 二氧化硅含量以二氧化硅的质量分数$w$计，按公式（1）计算：

$w=\frac{m\_{1}·V\_{0}×10^{-6}}{m\_{0}·V\_{1}}×100％$ ………………………………（1）

 式中：

m1——从工作曲线上查得的二氧化硅量，单位为微克（μg）；

V0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m0——试料的质量，单位为克（g）；

V1——移取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果小于0.10％时表示至小数点后三位数字，计算结果大于0.10％时表示至小数点后两位数字，数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%。重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| $w\_{SiO\_{2}}$/% |  0.12 | 0.59 | 1.48  |
| *r*/% | 0.03 | 0.05 | 0.10 |

表2 重复性限

10.2 再现性

 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性（*R*），超过再现性（*R*）的情况不超过5%。再现性（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| $w\_{SiO\_{2}}$/% |  0.12 | 0.59 | 1.48  |
| *R*/% | 0.04 | 0.06 | 0.12 |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——本部分编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。