

电真空用锆粉化学分析方法 钼蓝光度法测定硅

UDC 669.296-492
.2:543.42
:546.28
GB 3256.3-82

Chemical analysis of zirconium powder
for electro-vacuum uses

The molybdenum blue photometric
method for determination of silicon

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于电真空用锆粉中硅量的测定。测定范围：0.01~0.15%。

1 方法提要

试样用氢氟酸溶解，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700nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硼酸：优级纯。

2.2 纯锆：含硅量小于0.002%。

2.3 氢氟酸（市售40%）：高纯。

2.4 硫酸（比重1.84）。

2.5 硫酸（1+4）。

2.6 草酸—硫酸混合酸：称取25克草酸，置于500毫升烧杯中，加入200毫升水、100毫升硫酸（2.4）使之溶解，冷却至室温，用水稀释至1000毫升，混匀。

2.7 高锰酸钾溶液（0.1%）。

2.8 钼酸铵溶液（5%）。

2.9 硫酸亚铁铵溶液（6%）：称取6克硫酸亚铁铵，置于200毫升烧杯中，加入2毫升硫酸（2.5），用水稀释至100毫升，搅拌使之溶解，过滤后使用（三天内有效）。

2.10 硅标准溶液：

2.10.1 称取0.2139克预先在1000℃灼烧1小时的二氧化硅，置于铂坩埚中，加入2~3克无水碳酸钠，混匀。于900℃高温炉中熔融5~7分钟，取出冷却。置于400毫升烧杯中，加入200毫升热水，加热使熔融物溶解。取下用水洗净坩埚，冷却至室温，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液每毫升含100微克硅。

2.10.2 移取100.00毫升硅标准溶液（2.10.1）置于500毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液每毫升含20微克硅。

3 分析步骤

3.1 称取0.1000克试样置于150毫升聚乙烯杯中，加入15毫升水。随同试样做空白。

3.2 加入1.0毫升氢氟酸（2.3）并立即用聚乙烯板盖上，待反应停止后置于60~70℃水浴中溶解

至清亮。

3.3 取下,加入 2 克硼酸 (2.1),用水稀释至约 40 毫升,摇动使硼酸溶解,滴加高锰酸钾溶液 (2.7) 至呈现微红色。

3.4 加入 5 毫升钼酸铵溶液 (2.8),混匀。在 20~30℃ 放置 30 分钟,加入 20 毫升草酸—硫酸混合酸 (2.6),混匀。立即加入 10 毫升硫酸亚铁铵溶液 (2.9),移入 100 毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5 将部分溶液移入 1 或 3 厘米比色皿中,以随同试样空白为参比,于分光光度计 700nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

4 工作曲线的绘制

称取 0.1000 克纯铝 (2.2) 10 份,分别置于一组 150 毫升聚乙烯杯中,加入 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00、8.00 毫升硅标准溶液 (2.10.2),用水稀释至约 15 毫升。以下从分析步骤 3.2 条开始进行。以试剂空白为参比,测量其吸光度。以硅量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的硅量,克;

m ——称样量,克。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
含 硅 量	允 许 差	
0.010~0.060	0.005	
0.060~0.090	0.008	
0.090~0.150	0.012	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人狄凤桐、邬月莲。