

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

GB 2592.9—81

铊 中 硅 量 的 测 定
(异戊醇萃取硅钼蓝吸光光度法)

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样用硝酸溶解后,加氢氟酸溶解酸不溶硅,以硼酸络合氟,在pH 2.5~3.5使硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸,在3.5~4.0N硫酸中被异戊醇萃取,用硫酸联氨和氯化亚锡还原成钼蓝后,于波长630nm处测其吸光度。

萃取前加柠檬酸和酒石酸掩蔽磷、砷、锑,主体铊用无水亚硫酸钠还原至低价不影响测定。

在萃取溶液中分别含50微克铅、铜、铝、镉、铁、锌、镉,170微克汞,5微克磷、砷、锑不干扰测定。

测定范围: 0.0002~0.0015%。

2. 试剂

氢氟酸: 优级纯,用铂金蒸馏器蒸馏一次。

硝酸(1+1)、(1N): 高纯。

硫酸(1+2)、(1+9)①: 高纯。

硼酸: 优级纯,饱和溶液。

氢氧化钠溶液(10%): 特纯。

亚硫酸钠溶液(2%): 用时现配。

尿素: 饱和溶液。

钼酸铵溶液(12%): 用60~80℃热水溶解后过滤于塑料瓶中。

柠檬酸溶液(30%)。

酒石酸溶液(20%)。

硫酸联氨溶液(0.5%): 用0.5N硫酸溶液配制。

氯化亚锡溶液(10%): 用盐酸(1+1)配制。

还原剂: 将上述硫酸联氨溶液和氯化亚锡溶液按25:1体积混合。用时现配。

无水乙醇。

异戊醇。

硅标准溶液:

(甲) 称取0.2139克优级纯二氧化硅(预先在1000℃灼烧1小时并冷却),置于铂坩埚中,加5克无水碳酸钠,混匀,加盖后置于1000℃马弗炉中熔融至透明清亮,继续再熔融10分钟,冷却。用热水浸出,加热至溶液澄清,冷却。移入1000毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移入塑料瓶中。此溶液1毫升含100微克硅。

(乙) 移取10.00毫升溶液(甲),置于500毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移入塑料瓶中。此溶液1毫升含2微克硅。

国 家 标 准 总 局 发 布

中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1982年3月1日 实施
株 洲 冶 炼 厂 起 草
水 口 山 矿 务 局

3. 分析步骤

称取0.5000~1.0000克试样(随同试样做试剂空白),置于150毫升聚四氟乙烯烧杯中。加2.0毫升硝酸(1+1),加热溶解后,滴加4滴尿素,破坏氮的氧化物。加10毫升水、2滴(约0.1毫升)氢氟酸,摇匀,在20~40℃温度处放置1小时。加10.0毫升硼酸,摇匀,放置30分钟。加2.0毫升亚硫酸钠溶液,用氢氧化钠溶液和1N硝酸调节酸度至pH 1.2~1.4,加10.0毫升钼酸铵溶液,搅匀,用精密pH试纸检查酸度,pH应在2.5~3.5范围,否则再调节。放置15分钟。加20.0毫升硫酸(1+2)②,摇动,使沉淀溶解。移入125毫升分液漏斗中。用7.0毫升柠檬酸溶液和5.0毫升酒石酸溶液洗涤烧杯合并于分液漏斗中。加20.00毫升异戊醇,振荡1分钟,分层后弃去水相。加10毫升硫酸(1+9)洗液,振荡15秒钟,分层后弃去水相。加10毫升硫酸(1+9)洗液,重复洗涤2次,弃去水相。加1.0毫升还原剂,振荡20秒钟,分层后弃去水相。加1.0毫升无水乙醇,摇匀,移入2厘米液槽中,以异戊醇为参比,在分光光度计上,于波长630nm处,测其吸光度。减去试剂空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升硅标准溶液(乙),分别置于150毫升塑料烧杯中,加水至22毫升,加2.0毫升亚硫酸钠溶液,以下按分析步骤操作,测其吸光度。减去不加硅标准溶液的吸光度,绘制工作曲线。

硅的百分含量按下式计算:

$$\text{Si}(\%) = \frac{W_1 \times 10^{-6}}{W} \times 100$$

式中: W_1 ——自工作曲线上查得的硅量(微克);

W ——称样量(克)。

4. 允许差

含 硅 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0002~0.0004	0.0001
>0.0004~0.0008	0.0002
>0.0008~0.0015	0.0003

注: ① 硫酸(1+9)洗液,用时量取100毫升于125毫升分液漏斗中,加20毫升异戊醇饱和。

② 称取1克试样时,加30.0毫升硫酸(1+2),最后加水稀释至90毫升体积,再加异戊醇萃取。