



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3113—2012

钼铁 硅含量的测定 硅钼蓝光度法

Ferromolybdenum—Determination of silicon contents
—Silicomolybdic blue spectrophotometric method

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、金堆城钼业公司、西安科技大学。

本标准主要起草人：张遴、蔡砚、王昌钊、乐爱山、赵坚、牟明仁、张东雯、陈欣。

钼铁 硅含量的测定

硅钼蓝光度法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了硅钼蓝光度法测定钼铁中硅的含量。

本标准适用钼铁中硅含量的测定。测定范围(质量分数)：0.016%~2.5%。

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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试料经硝酸溶解，在微酸性介质中，加钼酸铵与硅形成硅钼黄，在草酸存在下，用硫酸亚铁铵还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 660 nm 处测量吸光度。

4 试剂

除非另有说明，分析中仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1 高纯铁粉(硅含量小于 0.005%)。

4.2 硝酸(1+3)。

4.3 过硫酸铵溶液(150 g/L)，使用时现配。

4.4 钼酸铵溶液(50 g/L)：称取 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 80 mL 热水中，冷却，用水稀释至 100 mL，混匀，过滤后使用。

4.5 草酸溶液(50 g/L)。

4.6 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L)：称取 6 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，加 6 滴硫酸(1+1)溶于 100 mL 水中。

4.7 硅标准贮存液(200 $\mu\text{g/mL}$)：称取 0.214 0 g 二氧化硅[二氧化硅(质量分数) $\geq 99.9\%$](预先在 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 30 min，于干燥器中冷却至室温)，置于铂坩埚中，加 5 g 优级纯无水碳酸钠，混匀，加盖，置于 400 $^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中，升温至 900 $^{\circ}\text{C}$ ，熔融 1 h，取出，冷却，在聚四氟乙烯烧杯中用 100 mL 热水浸取，用水洗出坩埚及盖，冷至室温。移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，立刻移入干燥的塑料瓶中保存。

4.8 硅标准溶液(50 $\mu\text{g/mL}$)：移取 25 mL 硅标准贮存液(4.7)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，

混匀,立即移入塑料瓶中保存。

5 仪器及器皿

5.1 分光光度计。


5.2 电子天平,感量 0.1 mg。

5.3 电热板。

5.4 实验室常用设备仪器,包括单标线容量瓶和单标线移液管等玻璃器皿。

5.5 钢样瓶:50 mL。

6 取制样

按照 GB/T 4010 进行取制  mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料


称取 0.2 g 试样(m_0),精确至 0.000 1 g。

7.2 铁基体空白及验证试验

7.2.1 铁基体空白

称取相当于试料量 40%  料做空白试验。此铁基空白试液作底液绘制工作曲线。

7.2.2 验证试验

随同试料分析同类型标 

7.3 测定

7.3.1 试料分解

将试料置于 50 mL 钢样瓶中,加 20 mL 硝酸(4.2),于电热板上低温加热溶解,煮沸驱除氮的氧化物,加 10 mL 过硫酸铵溶液(4.3),继续煮沸至冒大量气泡,取下冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。

7.3.2 显色

移取 5 mL 试液(当硅含量大于 1%时,分取 2.00 mL,并补加 1.2 mL 硝酸(4.2))两份于 100 mL 容量瓶中。一份用作显色液,一份用作参比液:

- 在显色液中,加 10 mL 水,加 5 mL 钼酸铵(4.4),放置 15 min(或在沸水浴中加热 30 s 后立即冷却)。加 10 mL 草酸溶液(4.5),加 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.6),于室温放置 10 min,用水稀释至刻度,摇匀。
- 在参比液中,加 10 mL 水,加入 10 mL 草酸溶液(4.5),5 mL 钼酸铵溶液(4.4),5 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.6),于室温放置 10 min,用水稀释至刻度,摇匀。

7.3.3 测量吸光度

于分光光度计 660 nm 波长处,用适当的吸收皿,测量每份显色液[7.3.2a)]对各自参比液[7.3.2b)]测量其吸光度,减去空白试液的吸光度,在校准曲线上查出试液中的硅量(m)。

注:除在 660 nm 测量外,亦可在 680 nm、760 nm 或 810 nm 波长处测量吸光度(并选择适当的比色皿)。

7.4 工作曲线的绘制

分取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 硅标准溶液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 水,5 mL 铁基空白试液(7.2.1),5 mL 钼酸铵(4.4),摇匀,放置 20 min(或在沸水浴中加热 30 s 后立即冷却)。加 10 mL 草酸溶液(4.5),摇匀,加 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.6),于室温放置 10 min,用水稀释至刻度,摇匀,以不加硅的显色溶液为参比,于分光光度计 660 nm 波长处,用适当的比色皿,测量吸光度,以硅浓度为横坐标,其吸光值为纵坐标绘制校准曲线。

8 结果计算

按式(1)计算试样中硅的含量,以质量分数表示:

$$X = \frac{m \times V_0}{V \times m_0 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中

X ——试样中硅的含量,%;

m ——在工作曲线上查取显色液中的硅量,单位为微克(μg);

V_0 ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

V ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料量,单位为克(g)。

9 精密度

在重复性和再现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)和再现性限(R),超过重复性限(r)和再现性限(R)的情况不超过 5%,重复性限下(r)和再现性(R)按表 1 数据采用线性插入法求得:

表 1 重复性限和再现性限

硅含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
0.016~0.50	0.013	0.017
0.5~1.0	0.021	0.022
1.0~2.5	0.023	0.029

注:重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

钼铁 硅含量的测定

硅钼蓝光度法

SN/T 3113—2012

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2012年10月第一版 2012年10月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-24087



SN/T 3113-2012