



中华人民共和国国家标准

GB/T 11213.4—2006
代替 GB/T 11213.4—1989

化纤用氢氧化钠 硅含量的测定 还原硅钼酸盐分光光度法

**Sodium hydroxide for chemical fiber use—Determination of silicon
content—Reduced molybdosilicate spectrophotometric method**

(ISO 6382:1981, General method for Determination of silicon
content—Reduced molybdosilicate spectrophotometric method, MOD)

2006-12-29 发布

2007-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用 ISO 6382:1981《硅含量测定的通用方法 还原硅钼酸盐分光光度法》(英文版)。

本标准根据 ISO 6382:1981 重新起草。为了方便比较,在附录 A 中列出了本国家标准条款和国际标准条款的对照一览表。

本标准在采用国际标准 ISO 6382:1981 时进行修改,有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- “本方法”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的封面和前言;

本标准代替 GB/T 11213.4—1989《化纤用氢氧化钠中硅含量的测定 还原硅钼酸盐分光光度法》。

本标准与前版标准相比主要变化如下:

- 标准英文名称不同;
- 增加“前言”;
- “范围”不同(1989 版的第 1 章;本版的第 1 章);
- 试验用水不同(1989 版的第 4 章;本版的第 4 章);
- 增加“制备二氧化硅方法”(见 4.10);
- 试料量不同(1989 版的第 8 章;本版的 6.4);
- 中和试料用盐酸溶液不同(1989 版的第 8 章;本版的 6.4);
- 比色皿规格不同(1989 版的 7.2.2,本版的 6.1.2);
- 计算硅含量公式不同(1989 版的第 9 章;本版的第 7 章);
- 允许差不同(1989 版的第 10 章,本版的第 8 章);
- 增加“试验报告”章(见第 9 章);
- 增加资料性附录“本标准章条编号与 ISO 6382:1981 章条编号对照一览表”(见附录 A);
- 增加资料性附录“本标准与 ISO 6382:1981 技术性差异及其原因”(见附录 B)。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、云南盐化股份有限公司、杭州电化集团有限公司、浙江巨化股份有限公司电化厂。

本标准参加起草单位:自贡鸿鹤化工股份有限公司、青岛海晶化工集团有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、李富荣、杨淑玉、许群立、邓建明、张荻、段万山。

本标准 1989 年首次发布。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

化纤用氢氧化钠 硅含量的测定

还原硅钼酸盐分光光度法

1 范围

本标准规定了化纤用氢氧化钠中硅含量测定的方法。

本标准适用于测定试料中二氧化硅(以 SiO_2 计)量为 $2\mu\text{g}\sim 200\mu\text{g}$ 的氢氧化钠产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4348.1—2000 工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,eqv ISO 3696:1987)

3 方法概要

在盐酸存在的介质中,用氟化钠处理,使任何形态的聚合硅解聚。

在硼酸存在下,掩蔽氟离子的干扰,pH 为 1.1 ± 0.2 时,形成氧化态(黄色)硅钼酸盐。

在草酸存在下,于硫酸强酸介质中,选择性的还原硅钼酸盐配合物,以消除磷酸盐的干扰。

在最大吸收波长 800 nm 处测定吸光度。

4 试剂和材料

本方法所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均按分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水(不含硅)或相当纯度的水。

所用试剂应贮存于无硅材料(如聚乙烯)制成的容器中。

4.1 盐酸溶液:150 g/L

量取 340 mL 盐酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.2 盐酸溶液:1+100

4.3 氟化钠溶液:20 g/L

称取 4 g 氟化钠,置于聚乙烯烧杯中,加水溶解,移至 200 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,移至聚乙烯瓶中。

警告——吸入或接触皮肤则中毒。若溅入眼睛内,立即用大量清水冲洗,并就医治疗。

4.4 硼酸溶液:48 g/L

室温下的饱和溶液。

4.5 二水钼酸钠溶液:140 g/L

称取 35 g 二水钼酸钠,置于聚乙烯烧杯中,用 200 mL 50°C 的水溶解,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,移至聚乙烯瓶中。若有必要,使用前过滤。该溶液一周更换一次。

4.6 二水草酸溶液:100 g/L

警告——吸入或接触皮肤是有害的,避免接触皮肤和眼睛。

4.7 硫酸溶液:400 g/L