



中华人民共和国国家标准

GB/T 23842—2009

无机化工产品中硅含量测定通用方法 还原硅钼酸盐分光光度法

General method for the determination of silicon content of inorganic chemicals—
Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

(ISO 6382:1981, MOD)

2009-05-18 发布

2010-02-01 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《测定硅含量的通用方法——还原硅钼酸盐的分光光度法》。

考虑到我国国情及适用范围上的差异,在采用 ISO 6382:1981 时,本标准作了适当修改。有关技术性差异已编入正文中。在附录 A 中给出了这些技术性差异及原因的一览表,附录 B 中给出了本标准条款编号与 ISO 6382:1981 的相应对照。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

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无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:多氟多化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:薛旭金、范国强、李永强。

无机化工产品中硅含量测定通用方法

还原硅钼酸盐分光光度法

1 范围

本标准规定了无机化工产品中硅含量测定的通用方法——还原硅钼酸盐分光光度法。

本标准适用于无机化工产品中硅含量测定的通用方法。被分析产品试液的制备应参考具体产品标准,被测试液中的 SiO_2 含量范围应在 $2\ \mu\text{g}\sim 200\ \mu\text{g}$,干扰限量在附录 C 中给出。

2 规范性引用标准

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 原理

在盐酸存在下,用氟化钠处理样品,使任何形态的聚合硅解聚。用硼酸掩蔽氟离子的干扰,在 pH 为 1.1 ± 0.2 时,溶液中的硅形成氧化态(黄色)硅钼酸盐。

在草酸存在下,于足够强度的硫酸介质中,选择性的还原硅钼酸盐配合物,以消除磷酸盐的干扰。于最大吸收波长(815 nm)处,用分光光度法测定蓝色配合物的吸光度。

4 安全提示

本标准中使用的试剂和材料具有毒性和腐蚀性,操作时须要小心谨慎!应避免接触皮肤和眼睛。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准在分析中尽可能使用无硅的分析纯试剂,所用水是用符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水经石英设备蒸馏的二次蒸馏水或相等纯度的水,软化水是不适宜的。所有试剂应储放于无硅材料(如聚乙烯)制成的瓶中。所用试剂均指分析纯试剂,试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 规定制备。

6 试剂

6.1 硫酸溶液:1+3。

6.2 盐酸溶液:1+2。

6.3 硼酸溶液:室温下的饱和溶液(约 48 g/L)。

6.4 二水合草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L。

6.5 氟化钠溶液:20 g/L,该溶液储存于无硅材料制成的瓶中。

6.6 二水合钼酸二钠溶液:140 g/L。