



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.6—2008

GB/T 21994.6—2008

氟化镁化学分析方法 第6部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 6: Determination of silica content—
Molybdenum blue photometric method

中华人民共和国
国家标准
氟化镁化学分析方法
第6部分：二氧化硅含量的测定
钼蓝分光光度法
GB/T 21994.6—2008

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

书号：155066·1-32567 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 21994.6—2008

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

6 试样

试样应符合 GB/T 21994.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.25 g 干燥试样(6),精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取试料(7.1)置于铂皿中,加入 2.5 g 无水碳酸钠(4.1)、0.5 g 硼酸(4.2),拌匀,于电炉上烤干水份后,转移到 850℃ 高温炉中熔样 20 min,取出,冷却到室温,加入 30 mL 盐酸(4.3),待剧烈反应后,将铂皿放到电炉上加热至溶液清亮,取下,冷却到室温,将溶液洗入 100 mL 容量瓶中,稀至刻度,摇匀。

7.4.2 用移液管吸取 20.00 mL 试液(7.4.1)于另一 100 mL 容量瓶中,补加 3 mL 盐酸(4.3),用水稀释到 80 mL 左右,加入 2.5 mL 钼酸铵溶液(4.4),摇匀,发色 10 min,然后加入 5.0 mL 硫酸(4.5)、2.5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),稀至刻度,摇匀,10 min 后,将部分溶液移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。测得吸光度减去空白值并查对曲线计算结果。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 二氧化硅标准溶液(4.8)于一组 100 mL 容量瓶中,加 3.5 mL 盐酸(4.3),以下按分析步骤 7.4.2 进行操作。

7.5.2 将部分溶液(7.5.1)移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。减去试剂空白吸光度后,以二氧化硅量为横坐标,相应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算二氧化硅的质量分数(%):

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——测得试液吸光度减去空白后从标准曲线上查得的二氧化硅的质量,单位为克(g);

m_0 ——分取试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复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),超过重复性限(r)情况不超过 5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

二氧化硅的质量分数(%):	0.14	0.50	0.80
重复性限 r (%):	0.034	0.050	0.053

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 1 所列允许差:

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分:

- 第 1 部分:试样的制备和贮存;
- 第 2 部分:湿存水含量的测定 重量法;
- 第 3 部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法;
- 第 4 部分:镁含量的测定 EDTA 容量法;
- 第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 7 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 8 部分:硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 6 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位:多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人:黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。