

中华人民共和国国家标准

GB/T 17518—2012
代替 GB/T 17518—1998

GB/T 17518—2012

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

General method for determination of silicon content of chemical products—
Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

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

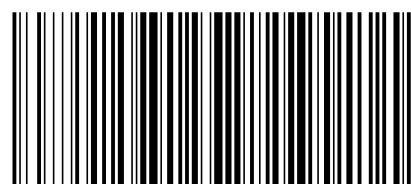
中华人民共和国
国家标准
化工产品中硅含量测定的通用方法
还原硅钼酸盐分光光度法
GB/T 17518—2012

*
中国标准出版社出版发行
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)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 0.75 字数 14 千字
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

*
书号: 155066·1-46822 定价 16.00 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)68510107



GB/T 17518-2012

2012-12-31 发布

2013-08-01 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

附录 B
(资料性附录)
干扰限量

本附录列出的干扰离子并不是包罗无遗的,因此尚需检查表 B.1 中未列出的离子、元素或化合物可能产生的干扰。

表 B.1

| 离子、元素或化合物 | 干扰限量/mg |
|--------------------------------|-----------------|
| H ⁺ | 不干扰 |
| Na ⁺ | 300 |
| K ⁺ | 250 |
| Fe ²⁺ | 140 |
| Zn ²⁺ | 300 |
| UO ₂ ²⁺ | 250 |
| Al ³⁺ | 70 |
| Fe ³⁺ | 140 |
| As ⁵⁺ | 0.05 |
| H ₂ BO ₃ | 1 600 |
| F ⁻ | 40 |
| Cl ⁻ | 600 |
| VO ₃ ⁻ | 2.5 |
| SO ₄ ²⁻ | 600 |
| PO ₄ ³⁻ | 15 |
| 阴离子表面活性剂 | 不干扰 |
| 非离子表面活性剂 | 干扰 ^a |

^a 加入阴离子表面活性剂可抵消非离子表面活性剂的干扰。例如,加入 5 mL 5 g/L 的十二烷基磺酸钠溶液可抑制试液中存在量高达 0.15 g 以 NP10(壬基酚聚氧乙烯醚)表示的非离子表面活性剂的干扰。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17518—1998《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》,与 GB/T 17518—1998 相比,主要技术变化如下:

- 删除了 ISO 前言(见 1998 年版的“ISO 前言”);
- 修改了硫酸溶液和盐酸溶液的浓度描述(见 5.1 和 5.2,1998 年版的 4.1 和 4.2);
- 修改了二氧化硅(SiO₂)换算为硅(Si)的系数(见第 8 章,1998 年版的第 7 章);
- 增加了用线性回归方程式计算的方法(见 7.3.3 和第 8 章,1998 年版的 6.3.4 和第 7 章);
- 删除了“试验报告”的规定(见 1998 年版的第 8 章);
- 删除了原标准的附录 B,将原标准的附录 A 改为附录 B,增加了资料性附录 A(见附录 A 和附录 B,1998 年版的附录 A 和附录 B)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 6382:1981《硅含量测定的通用方法 还原硅钼酸盐分光光度法》。

本标准与 ISO 6382:1981 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 6382:1981 的章条编号对照一览表。

本标准和 ISO 6382:1981 的技术性差异及其原因如下:

- 增加了规范性引用文件,以符合 GB/T 1.1—2009 对国家标准编写规定;
- 修改了硫酸溶液和盐酸溶液的浓度描述,便于标准使用者操作;
- 修改了二氧化硅(SiO₂)换算为硅(Si)的系数,按照 2009 年国际相对原子量计算,将系数 0.468 改为 0.467 4;
- 删除了“试验报告”的规定,以适合我国的国情。

本标准做了下列编辑性修改:

- 将标准的名称改为“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”,以适应我国化工行业的需要;
- 增加了资料性附录 A,将国际标准的附录 A 改为附录 B,同时删除了国际标准的附录 B。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC 63/SC 7)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、淮安市产品质量监督检验所、山东省产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人:邱爱玲、冯俊婷、张晓强、陈长毅、邹惠玲、王伟。

7.4 测定

量取含有二氧化硅不大于 200 μg 的试液,置于 100 mL 用无硅材料制成的烧杯中,用水稀释至约 25 mL。

向烧杯中加入约 4 mL 盐酸溶液(5.2)[为确保该步骤的 $\text{pH}=1.1\pm 0.2$,应预先用 pH 计(6.1)检查,以确定所需盐酸溶液的用量],1.0 mL 氟化钠溶液(5.5),搅拌,放置 5 min。

注:氟化钠是供测定聚合硅用的。如果试液中确实不含聚合态硅,可不加氟化钠。在这种情况下,可直接在 100 mL 玻璃容量瓶中制备溶液。

后续操作步骤按照 7.3.1 中“在搅拌下,加入 20.0 mL 硼酸溶液(5.3)……用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min”和 7.3.2 进行。

8 结果计算

从试液的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值,根据所得吸光度值的差值,从工作曲线上查得相应的二氧化硅质量(μg)或用线性回归方程计算出相应的二氧化硅质量(μg)。

按产品标准所给出的计算公式进行计算。

注:如果以每千克所含硅(Si)的毫克数表述结果,则应把上述所得结果乘以 0.4674。

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

警告:本标准所用的某些试剂(见有关注)有危险,使用时需注意。

1 范围

本标准规定了测定硅的通用方法即还原硅钼酸盐分光光度法。

本标准适用于硅含量(以 SiO_2 计)在 2 μg ~200 μg 范围内的试液测定。

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

3 原理

在盐酸存在下,用氟化钠处理,使任何形态的聚合硅解聚。

用硼酸掩蔽氟离子的干扰,在 pH 值为 1.1 ± 0.2 时,形成氧化态(黄色)硅钼酸盐。

在草酸存在下,于酸度足够高的硫酸介质中,消除磷酸盐的干扰,选择性地还原硅钼酸盐配合物。

于最大吸收波长(约 800 nm)处,用分光光度法测定蓝色配合物的吸光度。

4 一般规定

本标准中所用的试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂。水用符合 GB/T 6682 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。

5 试剂

5.1 硫酸溶液:1+3。

5.2 盐酸溶液:1+2。

5.3 硼酸溶液:室温下的饱和溶液(约 48 g/L)。

5.4 二水合草酸溶液:100 g/L。

注:该溶液吸入或接触皮肤是有害的,应避免接触皮肤和眼睛。

5.5 氟化钠溶液:20 g/L,该溶液储存于无硅材料制成的瓶中。

注:该溶液吸入、接触皮肤或误服均会中毒。若溅入眼睛内,应立即用大量水清洗,并就医治疗。

5.6 二水合钼酸二钠溶液:140 g/L。

称取 35 g 二水合钼酸二钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用 200 mL 约 50 $^\circ\text{C}$ 的水溶解于聚乙烯烧杯中,冷