

中华人民共和国国家标准

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

GB 11213.4—89

Sodium hydroxide for chemical fiber
use—Determination of silicon mass
fraction—Reduced molybdo silicate spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化纤用氢氧化钠中硅含量的测定方法。

本方法适用于氢氧化钠中硅含量(SiO₂计)大于或等于0.0005%的产品。

2 引用标准

GB 4348.1 工业用氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

3 原理

在盐酸存在的介质中,氟化钠溶液能使聚合态硅解聚,加入硼酸溶液能使其消除氟离子干扰,加入钼酸钠,当pH为 1.1 ± 0.2 时,生成黄色硅钼杂多酸。

继续加入草酸和硫酸时,消除磷酸盐干扰,在强酸介质中,黄色硅钼杂多酸被还原剂选择性还原,生成了蓝色硅钼杂多酸,可在最大吸收波长为800 nm处进行吸光度测定。

4 试剂和材料

试验中,限用分析纯试剂和二次蒸馏水;所用试剂应储存于聚乙烯容器中。

- 4.1 二氧化硅:纯度 $>99.99\%$ 。
- 4.2 硫酸(GB 625)溶液:400 g/L。量取240 mL硫酸,在搅拌下,徐徐注入500 mL水中,再用水稀释至1 000 mL,混匀。
- 4.3 盐酸(GB 622)溶液:150 g/L。量取340 mL盐酸,用水稀释至1000 mL。
- 4.4 硼酸(GB 628)溶液:48 g/L。
- 4.5 草酸(HG 3—988)溶液:100 g/L。
- 4.6 氟化钠(GB 1264)溶液:20 g/L。贮存于聚乙烯瓶中。
- 4.7 二水钼酸钠(HG 3—1087)溶液:140 g/L。称取35 g二水钼酸钠置于聚乙烯杯中,加入200 mL 50℃的水,使其溶解,冷却至室温后移入250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。立即移至聚乙烯瓶中,备用。该溶液1周更换一次。
- 4.8 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(HG 3—1528)。
- 4.9 无水亚硫酸钠(HG 3—1291)。
- 4.10 无水偏重亚硫酸钠(HG 3—909)。
- 4.11 还原溶液的制备:

中华人民共和国化学工业部1988-08-13批准

1990-01-01实施