



中华人民共和国国家标准

GB/T 6610.3—2003
代替 GB/T 6610.3—1986

氢氧化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅含量

Chemical analysis methods of aluminium hydroxide—
Determination of silicon dioxide content
—Molybdenum blue photometric method

2003-11-03 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准共分为以下 5 部分：

- GB/T 6610.1《氢氧化铝化学分析方法 重量法测定水分》；
- GB/T 6610.2《氢氧化铝化学分析方法 重量法测定灼烧失量》；
- GB/T 6610.3《氢氧化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅含量》；
- GB/T 6610.4《氢氧化铝化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量》；
- GB/T 6610.5《氢氧化铝化学分析方法 氧化钠含量的测定》。

本部分为第 3 部分。

本部分是对 GB/T 6610.3—1986《氢氧化铝化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅量》的修订。
本次修订增加了抗坏血酸作为第二种还原剂，以简化操作手续。

本部分自实施之日起，同时代替 GB/T 6610.3—1986。

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。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司山东分公司起草。

本部分起草人：张文诚、程亚娟、屈谓年、冯志好。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6610.3—1986。

氢氧化铝化学分析方法

钼蓝光度法测定二氧化硅含量

1 范围

本部分规定了氢氧化铝中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于氢氧化铝中二氧化硅含量的测定。测定范围(质量分数):0.005%~0.230%。

2 方法原理

试料用碳酸钠-硼酸熔融,将熔融物用硝酸溶解后,在 $\text{pH}=0.80\sim 0.85$ 的硝酸介质中,使硅酸与钼酸形成硅钼杂多酸。然后,在酒石酸-硫酸介质中,用氨基磺酸或抗坏血酸选择还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 815 nm 处,测量其吸光度。

磷、钒共存时 $w(\text{V}_2\text{O}_5 + \text{P}_2\text{O}_5) \leq 0.02\%$ 对测定无影响。

3 试剂

3.1 硼酸:优级纯。

3.2 碳酸钠(无水):优级纯。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 硝酸(3.00mol/L)。

3.5 混合酸:称取 33.0g 酒石酸溶于水中,加水至 60 mL,混匀(必要时过滤)。加硫酸(3.3)至 1 000 mL,混匀。如溶液发黄需另配。

3.6 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(100g/L):必要时过滤,沉淀较多需重配。贮存于聚乙烯瓶中。

3.7 还原剂:

3.7.1 还原剂氨基磺酸溶液:将 7.00 g 无水亚硫酸钠溶解于 50 mL 水中,加入 1.50 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$),搅拌使之溶解。在另一烧杯中,将 90.00 g 无水偏重亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)溶解于 900 mL 水中。将两种溶液合并,并稀释至 1 000 mL,混匀。使用前用慢速定量滤纸过滤。此溶液低温避光贮存于聚乙烯瓶中,可稳定 20 天。

3.7.2 还原剂抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)溶液(20 g/L):使用时配制。

3.8 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.5000 g 基准试剂二氧化硅(预先用玛瑙研钵研细,于 1 000℃灼烧 2 h,置于干燥器中冷却至室温),置于铂坩埚中,加入 5.0 g 碳酸钠(3.2),搅匀,再覆盖 0.5 g,盖上坩埚盖,置于 950℃高温炉中熔融 12 min,取出稍冷。加入热水,低温加热待熔块松动后,将溶液和熔块移入聚四氟乙烯烧杯中,用热水充分洗净坩埚和盖。将烧杯置于电热板上,加热至熔块全部溶解后,取下冷却至室温。将溶液移入预先加有约 600 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 二氧化硅。

3.9 二氧化硅标准溶液:移取 25.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 25 μg 二氧化硅。使用时配制。

3.10 基体溶液:称取 13.0 g 碳酸钠(3.2)缓慢加入预先盛有 253 mL 硝酸(3.4)的 1 000 mL 烧杯中,加入 36.8 g 硝酸铝 $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 、5.0 g 硼酸(3.1),加水至约 500 mL,加热煮沸,滴加高锰酸钾溶液(1.0 g/L)至呈明显的红色并在 2 min 内不褪色,再过加 2 滴,加热至红色褪去。冷却后用水稀释