

UDC 549.51 : 661 : 543.06
D 51



中华人民共和国国家标准

GB/T 15057.5—94

化工用石灰石中二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Limestone for chemical industry
—Determination of silicon dioxide content
—Molybdenum blue spectrophotometric method

1994-05-05 发布

1995-02-01 实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

化工用石灰石中二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法

GB/T 15057.5—94

Limestone for chemical industry
—Determination of silicon dioxide content
—Molybdenum blue spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼蓝分光光度法测定二氧化硅的含量。

本标准适用于化工用石灰石产品中二氧化硅含量的测定, 测定范围为 0.05%~5%。

2 引用标准

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样经碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融, 稀盐酸浸取。在 pH 约 1.1 的酸度下, 钼酸铵与硅酸形成硅钼杂多酸, 以乙醇作稳定剂, 在草酸-硫酸介质中用硫酸亚铁铵将其还原成硅钼蓝, 于分光光度计波长 680nm 处测量吸光度。

4 试剂和溶液

本标准中所用水应符合 GB 6682 中二级水的规格; 所列的试剂, 无特殊规定外, 均指分析纯试剂。

- 4.1 混合熔剂: 取 2 份无水碳酸钠(GB 639)与 1 份硼酸(GB 628)研细, 混匀。
- 4.2 盐酸(GB 622): 1+6 溶液。
- 4.3 盐酸: 1+29 溶液。
- 4.4 95% 乙醇(GB 679)。
- 4.5 钼酸铵 [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] (GB 657): 60g/L 溶液。称取 6g 钼酸铵溶于 50mL 热水中, 冷却, 用水稀释至 100mL, 过滤后贮于塑料瓶中。
- 4.6 草酸-硫酸混合溶液: 称取 3g 草酸(GB 9854)溶于 100mL 硫酸(GB 625)1+9 溶液中。
- 4.7 硫酸亚铁铵 [$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] (GB 661): 60g/L 溶液。称取 6g 硫酸亚铁铵溶于 50mL 水中, 加 5~6 滴硫酸(GB 625), 用水稀释至 100mL, 过滤后使用(使用期为一周)。
- 4.8 二氧化硅标准溶液: 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取 0.200 0g 已于 950~1 000°C 灼烧 30min 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(高纯试剂)于铂坩埚中, 加 3g 混合熔剂(4.1), 混匀, 再覆盖 1g 混合熔剂。盖上坩埚盖并留一缝隙, 置于高温炉中于 950°C 熔融 20min, 取出, 冷却。将坩埚置于盛有 100mL 热水的聚四氟乙烯塑料烧杯中, 加热浸取熔块, 至溶液清亮。用热水洗出坩埚及盖, 冷却至室温, 溶液移入 1 000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀, 贮存于塑料瓶中。此溶液 1mL 含 200 μg 二氧化硅(使用期为一个月)。