



中华人民共和国国家标准

GB/T 17518—2012
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

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)

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

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(SiO_2)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。

本标准与 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(SiO_2)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。

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 $2\ \mu\text{g}\sim 200\ \mu\text{g}$ 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 °C 的水溶解于聚乙烯烧杯中，冷