



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.6—2008

氟化镁化学分析方法 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 6: Determination of silica content—
Molybdenum blue photometric method

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 EDTA 容量法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 6 部分。

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。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位：多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人：黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。

氟化镁化学分析方法

第6部分:二氧化硅含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了氟化镁中二氧化硅测定方法。

本部分适用于氟化镁中二氧化硅的测定。测定范围: $\leq 1.00\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款,通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适应于本部分。

GB/T 21994.1—2008 氟化镁化学分析方法 第1部分:试样的制备和贮存

3 方法提要

试料用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融,盐酸酸化。分取试液在 pH0.85~pH0.90 之间,使硅与钼酸盐形成黄色硅钼杂多酸。在高酸度硫酸介质中,经还原剂还原成硅钼蓝,于分光光度计波长 620 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硼酸。

4.3 盐酸(3 mol/L)。

4.4 钼酸铵溶液(100 g/L)。

4.5 硫酸(1+1)。

4.6 抗坏血酸溶液(25 g/L):使用时配制。

4.7 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 研细的预先在 1 000°C 灼烧 1 h,并在干燥器中冷却至室温的二氧化硅(99.9%以上),置于铂坩埚中,向其内加入 5 g 无水碳酸钠(4.1),用铂勺充分混匀,置高温炉内于 950°C 小心熔融(约 10 min),取出冷却,往坩埚中加入热水,慢慢加热至完全溶解。冷却溶液小心移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。立即倒入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 0.500 mg 二氧化硅。

4.8 二氧化硅标准溶液:移取 50.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(4.7)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.050 0 mg 二氧化硅。该溶液使用前现配制。

5 仪器及设备

5.1 铂皿:平底,直径 70 mm,高 35 mm,带铂盖。

5.2 电炉:能控制温度在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 高温炉:能控制温度在 $850^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 pH 计:配有玻璃电极。