



中华人民共和国国家标准

GB/T 9742—2008
代替 GB/T 9742—1988

化学试剂 硅酸盐测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of silicate

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2008-05-15 发布

2008-11-01 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

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂——第 1 部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9742—1988《化学试剂 硅酸盐测定通用方法》,与 GB/T 9742—1988 相比主要变化如下:

——完善了分光光度法的测定(1988 年版的第 6 章;本版的 6.2)。

——取消了附录 A(1988 年版的附录 A)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、陈红。

本标准于 1988 年首次发布。

化 学 试 剂

硅酸盐测定通用方法

1 范围

本标准规定了用硅钼蓝比色法测定硅酸盐的通用方法。

本标准适用于化学试剂中微量硅酸盐或氟硅酸盐的测定。分光光度法或目视比色法的检测范围为 $0.2 \mu\text{g/mL} \sim 3 \mu\text{g/mL}$ (以 SiO_3 计)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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)

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 方法原理

在硫酸的浓度 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$ 不大于 0.4 mol/L 硫酸溶液中,硅酸能定量与钼酸铵作用,生成硅钼杂多酸(硅钼黄)。在草酸存在下,加入氯化亚锡盐酸溶液,将硅钼黄还原为硅钼蓝,根据硅钼蓝颜色的深浅,可用目视比色法或分光光度法测定硅酸盐。

草酸可以消除磷酸盐、砷酸盐以及过量钼酸铵对测定的干扰。

4 试剂和材料

本标准中除另有规定外,所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备;实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5 仪器

5.1 一般实验室仪器。

5.2 分光光度计应符合 GB/T 9721 的规定。

6 测定

6.1 目视比色法

按产品标准的规定取样并制备试液(必要时加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,调节溶液的 pH 值)。取 10 mL 试液,加 4.5 mL 硫酸溶液(5%),此时溶液的酸度 $c(\text{H}^+)$ 约为 0.3 mol/L 。加 2 mL 钼酸铵溶液(100 g/L),放置 20 min。加 5 mL 草酸溶液(50 g/L),放置 5 min。加 0.2 mL 氯化亚锡盐酸溶液(20 g/L),稀释至 25 mL,摇匀,放置 5 min。溶液所呈蓝色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液的制备是取含规定量的硅酸盐(SiO_3)标准溶液,稀释至 10 mL,与同体积试液同时同

样处理。

6.2 分光光度法

6.2.1 标准比色溶液的配制及测定

按产品标准的规定,配制四至五个浓度成比例的硅酸盐标准溶液,置于 50 mL 聚四氟乙烯容量瓶中,稀释至 10 mL(必要时标准中应加入适量基体),与 6.1 同体积试液同样处理。溶液用分光光度计在 820 nm 波长处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比,进行吸光度的测定。

6.2.2 标准工作曲线的绘制

以硅酸盐标准溶液的质量浓度为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制标准工作曲线。

6.2.3 样品的测定及计算

按产品标准的规定取样并制备试液(必要时加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,调节溶液的 pH 值)。取 10 mL 试液,操作同 6.2.1。以样品试剂空白为参比,进行吸光度的测定。在绘制的标准工作曲线上查得对应的硅酸盐的质量浓度。

硅酸盐的质量分数以 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{\rho \times V \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——试液吸光度值在标准工作曲线上所对应的硅酸盐的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——试液的最终体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
硅酸盐测定通用方法
GB/T 9742—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

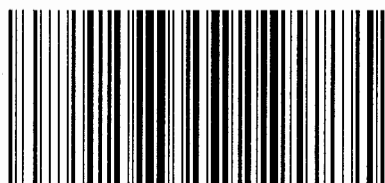
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 4 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-32769 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 9742-2008