



中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.6—2008

氟化锂化学分析方法 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法

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

2008-12-29 发布

2009-11-01 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

GB/T 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 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 火焰原子吸收光谱法；
- 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 GB/T 22660 的第 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。

本部分负责起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人：韩世军、师玉萍、周小平、李永强、王红星、杨彩霞、朱亮、黎志坚、连明霞、赵利梅。

氟化锂化学分析方法

第 6 部分：二氧化硅含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 22660 的本部分规定了氟化锂中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于氟化锂中二氧化硅含量的测定。测定范围：0.01%~0.40%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22660 的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，其最新版本适用于本部分。

GB/T 22660.1—2008 氟化锂化学分析方法 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溶剂熔融，硝酸酸化。调整 pH 在 0.85~0.90 时加入钼酸钠使硅形成硅钼杂多酸。在酒石酸存在下的高酸度硫酸介质中，硅钼杂多酸经还原剂抗坏血酸还原成硅酸钼兰，于分光光度计波长 815 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硼酸。

4.3 硝酸(8 mol/L)。

4.4 钼酸钠溶液(195 g/L)：称取 19.5 g 二水合钼酸钠($\text{NaMoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，置于塑料杯中，用水溶解后，稀释至 100 mL，混匀。保存于聚乙烯瓶中。

4.5 酒石酸溶液(100 g/L)。

4.6 硫酸溶液(8 mol/L)。

4.7 抗坏血酸(20 g/L)。

4.8 二氧化硅标准贮存溶液：精确称取 0.500 0 g(精确至 0.000 1 g)预先在 1 000 °C 灼烧 1h 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅[$w(\text{SiO}_2) > 99.9\%$]和 5g 无水碳酸钠(4.1)，置于铂坩埚中混匀。置于 950 °C 的高温炉熔融至熔体透明。冷却，用热水加热至熔块完全溶解。移入 1 L 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1mL 含二氧化硅 0.50 mg。

4.9 二氧化硅标准溶液：移取 10.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(4.8)，置于 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液二氧化硅的浓度为：5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。使用前现配制。

5 仪器及设备

5.1 铂皿及铂盖：直径 70 mm，高 35 mm。

5.2 高温炉：能控制温度在 550 °C \pm 25 °C。