

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0770—1999

出口中碳鳞片石墨中二氧化硅的测定 硅钼蓝分光光度法

Determination of silicon oxide in middle carbon flake graphite
—Molybdenum blue photometric method

1999-05-05 发布

1999-08-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 发布

前 言

本标准采用硅钼蓝分光光度法测定二氧化硅,与 ASTM C 560:88 应用属同一范畴,但技术内容与应用对象不同。前者应用于中碳产品,称样量小,测定波长 650 nm,硫酸亚铁铵还原。后者应用纯度较高产品,样品称样量大,使用波长 765 nm,SnCl₂ 还原。前者比后者简便快速。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国河南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人:王作录、王新辉。

美析仪
MACY
MACY INSTRUMENTS
业光度计系列生产厂
//www.macylab.com TEL:400-616-

出口中碳鳞片石墨中二氧化硅的测定
硅钼蓝分光光度法

SN/T 0770—1999

Determination of silicon oxide in middle carbon flake graphite
—Molybdenum blue photometric method

1 范围

本标准适用于中碳鳞片石墨(含碳量:80%~94%)中二氧化硅测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订。使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3518—1995 鳞片石墨

GB/T 3521—1995 石墨化学分析方法

3 取制样

3.1 试样

本标准规定取制样按 GB/T 3518—1995《鳞片石墨》中 7.2 的规定进行。

3.2 试料

称取适量(C<87%:0.25 g;C>87%:0.50 g)试样(精确至 0.000 1 g)。

4 分析步骤

4.1 方法提要

试料经 1 000℃ 灼烧排除主成分碳后,用无水硼砂-无水碳酸钾(钠)混合熔剂高温熔融,以硝硫混酸溶液浸取融块,硅钼蓝光度法,在波长 650 nm 处测定吸光度,根据工作曲线求二氧化硅含量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 氢氧化钠:100 mL 水溶解 NaOH 15 克

4.2.2 硫酸(1.83 g/mL)

4.2.3 硫酸(1+1)

4.2.4 硫酸(1+3)

4.2.5 硫酸(1+4)

4.2.6 硝酸(1.41 g/mL)

4.2.7 硝硫混酸(HNO₃:H₂SO₄:H₂O=10:1.2:988.8)

4.2.7.1 量取 12 mL 硫酸(4.2.2)加到 188 mL 水中,冷至室温后,加 100 mL 硝酸(4.2.6),得到硝硫混酸(HNO₃:H₂SO₄:H₂O=100:12:188)。

4.2.7.2 量取硝硫混酸(4.2.7.1)30 mL 稀释至 1 000 mL,得所需浓度硝硫混酸。

4.2.8 二氧化硅标准溶液

4.2.8.1 准确称取 0.250 0 g 预先在 950℃ 灼烧至恒重的高纯二氧化硅(99.999%)于塑料烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠(4.2.1),沸水加热使其完全溶解,加 2 mL 硝酸(4.2.6),冷却至室温,转移到 500 mL 容量瓶中,定容、混匀,立即转移到塑瓶中。此溶液每毫升含 0.5 mg 二氧化硅。

4.2.8.2 移取 50 mL 二氧化硅标液(4.2.8.1)于 500 mL 容量瓶中,用硝硫混酸(4.2.7.2)稀释至刻度,摇匀,立即转移到塑料瓶中。此溶液每毫升含 0.05 mg 二氧化硅。

4.2.9 钼酸铵:100 mL 水溶解钼酸铵 5 克。

4.2.10 硫酸亚铁铵(6%):称取 6 g 硫酸亚铁铵先加入 10 滴硫酸(4.2.3),再加水 100 mL(使用时配制)。

4.2.11 草硫混酸

4.2.11.1 草酸:100 mL 水溶解草酸 5 克。

4.2.11.2 量取 1 份草酸(4.2.11.1)与 1 份硫酸(4.2.4)混合,搅匀。

4.2.12 混合熔剂

1 份无水硼砂与 1 份无水碳酸钾(钠)研细混匀。

4.3 仪器设备

4.3.1 高温炉

4.3.2 分光光度计

4.4 测定次数与空白试验

分析时称取两份试料进行平行试验,取其平均值。随同试料做空白试验。

4.5 分析测定

4.5.1 工作曲线

吸取 0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 mL 二氧化硅标准溶液(4.2.8.2)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝硫混酸(4.2.7.2),5 mL 钼酸铵(4.2.9),摇匀,放置 20 min,加 18 mL 草硫混酸(4.2.11.2),立即加入 5 mL 硫酸亚铁铵(4.2.10)摇匀,稀释至刻度,20 min 后,以未加二氧化硅标液显色体系为参比,于 650 nm 处测定吸光度,以二氧化硅标液体积为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.5.2 测定

4.5.2.1 将试料(3.2)置于铂坩锅中,在 1 000℃ 灼烧 80 min,取出稍冷,称取 2 g 混合熔剂(4.2.12)覆盖于灰份之上,1 000℃ 熔融 8~10 min 取出,稍冷。

4.5.2.2 加 150 mL 水,10 mL 硝酸(4.2.6),6 mL 硫酸(4.2.5)于 400 mL 烧杯中,加热至微沸。

4.5.2.3 把坩锅(4.5.2.1)置于盛有浸出液的烧杯中(4.5.2.2),于电热板上煮沸浸取融块,浸取完毕转移到 500 mL 容量瓶中,冷至室温,定容,待用。

4.5.2.4 吸取溶液(4.5.2.3)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,以后按(4.5.1)“5 mL 钼酸铵”以下步骤进行,由工作曲线求得相当二氧化硅标准溶液体积。

4.6 分析结果的计算

按下式计算二氧化硅百分含量

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{c \times V_0 \times V_1}{G \times 1\,000 \times V_2} \times 100$$

式中: c ——二氧化硅标准溶液浓度,mg/mL;

V_0 ——从工作曲线上查得相当于二氧化硅标液体积,mL;

V_1 ——浸取融块定容总体积,mL;

V_2 ——吸取试液体积,mL;

G ——称样量,g。

4.7 精密度

本方法的精密度(以 SiO₂ 质量百分数表示)

水平	3~5	5~7
重复性(<i>r</i>)	0.06	0.10
再现性(<i>R</i>)	0.13	0.18