



中华人民共和国国家标准

GB/T 22662.4—2008

氟钛酸钾化学分析方法 第4部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of potassium fluotitanate—
Part 4: 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 22662《氟钛酸钾化学分析方法》共分为 9 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：氟钛酸钾含量的测定 硫酸高铁铵容量法；
- 第 4 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法；
- 第 9 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22662 的第 4 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、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人：黎志坚、朱亮、廖志辉、施秀华、王慧、卜法见、冯敬东、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。

氟钛酸钾化学分析方法

第4部分：硅含量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 22662 的本部分规定了氟钛酸钾中硅含量的测定方法。

本部分适用于氟钛酸钾中硅含量的测定。测定范围： $\leq 0.50\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22662 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 22662.1—2008 氟钛酸钾化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存

3 方法提要

试料用硫酸溶解后，加入硼酸络合氟，加入钼酸铵，使之形成黄色硅钼络离子，再提高酸度至 $[H^+]$ 0.8 mol/L 以上，用抗坏血酸将黄色的硅钼络离子还原成灵敏度更高的硅钼蓝，在分光光度计上进行比色测定。

4 试剂

4.1 硫酸：1+7。

4.2 硼酸溶液：40 g/L。

4.3 钼酸铵溶液：100 g/L。

4.4 盐酸：1+1。

4.5 抗坏血酸溶液：25 g/L。

4.6 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，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 L 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。

4.7 硅标准溶液：移取 50.0 mL 二氧化硅标准贮存溶液（4.6）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 mg 二氧化硅。该溶液使用前现配制。

4.8 氟钛酸钾基体溶液

称取 0.625 g 优级纯氟钛酸钾，经磨细后，置于 250 mL 聚乙烯容量瓶中，加 40 °C ~ 60 °C 热水 100 mL，加 9 mL 硫酸（4.1），盖紧瓶盖，摇动容量瓶使氟钛酸钾完全溶解后，加入 100 mL 硼酸（4.2），以水稀释至刻度，混匀。

5 仪器及设备

试验室常用仪器及设备。