

ICS 71. 100. 40
G 70
备案号：56283—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5081—2016

纺织染整助剂 有机硅整理剂 硅含量的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—Silicone finishing agent—
Determination of silicon content

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：浙江理工大学、浙江省检验检疫科学技术研究院、浙江传化股份有限公司。

本标准主要起草人：陈海相、赵珊红、赵婷、赵梅、宁小玉、李文武、林型跑。

纺织染整助剂 有机硅整理剂 硅含量的测定

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了有机硅整理剂中硅含量的硅钼蓝分光光度测定法。
本标准适用于有机硅整理剂产品中硅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试样与氢氧化钠在高温下碱熔融分解，有机硅转变为可溶性硅酸盐，以水浸取熔融物，在酸性溶液中加入钼酸铵使形成硅钼络合离子，在草酸存在下硅钼络合离子被抗坏血酸还原成硅钼蓝，采用分光光度计于波长 810 nm 处测定硅含量。

4 试剂和材料

4.1 除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2 盐酸溶液（1+1）：盐酸与水的体积比为 1：1。

4.3 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液：75 g/L。

4.4 草酸（ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶液：100 g/L。

4.5 L-抗坏血酸溶液：50 g/L。

现配现用。

4.6 硅标准储备溶液：此溶液 1 mL 含 1.0 mg Si。

称取 2.139 4 g 优级纯二氧化硅（CAS 号：7631-86-9。预先在 1 000 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温）于铂坩埚（5.2）中，加入 5 g 碳酸钠，搅匀，上面再覆盖 1 g 碳酸钠，在 950 °C 熔融 20 min。冷却，在聚四氟乙烯塑料烧杯（5.5）中用热水浸出。冷却，移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶（5.6）中，用水稀释至刻度。有效期 3 个月。

4.7 硅标准使用溶液：此溶液 1 mL 含 0.01 mg Si。

移取 0.5 mL 硅标准溶液（4.6）于 50 mL 聚乙烯容量瓶（5.6）中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液用时现配。

HG/T 5081—2016

5 仪器和设备

- 5.1 分光光度计：配备 1 cm 光程的比色池。
 5.2 铂坩埚：10 mL。
 5.3 镍坩埚：30 mL。
 5.4 马弗炉：0℃～1 500℃。
 5.5 聚四氟乙烯塑料烧杯：300 mL。
 5.6 聚乙烯容量瓶：50 mL，1 000 mL。
 5.7 分析天平：感量 0.000 1 g。

6 试样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.2 mg）试样，置于镍坩埚（5.3）中，加入 1.5 g 氢氧化钠颗粒，覆盖坩埚底部。将坩埚放入马弗炉（5.4）中，先升温到 100℃左右，加热 45 min，再升温到 500℃，加热熔融 30 min。取出坩埚，冷却至室温。将坩埚放入聚四氟乙烯塑料烧杯（5.5）中，用适量水浸取内容物，待全部溶解后，用水冲洗坩埚 3 次～5 次，然后将溶液移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶（5.6）中，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

7 测定步骤

7.1 标准曲线的绘制

精确移取硅标准使用溶液（4.7）0.0 mL（参比）、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL，分别置于 50 mL 聚乙烯容量瓶（5.6）中，用水稀释至约 25 mL。加入 1 mL 盐酸溶液（4.2），摇匀。加入 2 mL 钼酸铵溶液（4.3），混匀，放置 10 min。加入 1.5 mL 草酸溶液（4.4）和 6 mL 盐酸溶液（4.2），混匀。加入 1 mL 抗坏血酸溶液（4.5），摇匀。用水稀释至刻度，放置 30 min。用分光光度计（5.1）在波长 810 nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标、硅浓度（0.0 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、1.6 mg/L）为横坐标，绘制标准曲线。

7.2 测定

精确移取适量试样溶液，置于 50 mL 聚乙烯容量瓶（5.6）中，用水稀释至约 25 mL。加入 1 mL 盐酸溶液（4.2），摇匀。加入 2 mL 钼酸铵溶液（4.3），混匀，放置 10 min。加入 1.5 mL 草酸溶液（4.4）和 6 mL 盐酸溶液（4.2），混匀。加入 1 mL 抗坏血酸溶液（4.5），摇匀。用水稀释至刻度，放置 30 min。用分光光度计（5.1）在波长 810 nm 处测定吸光度，从本标准的 7.1 标准曲线查得试样溶液的硅浓度 c 。

7.3 结果计算

试样中的硅含量以质量分数 w 计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{50c \times 10^{-3}}{mV} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——试样溶液的硅浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——称取的试样的质量的数值，单位为克（g）；

V ——移取的试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

取两次平行测定结果的算术平均值，按 GB/T 8170 修约至小数点后 2 位为测定结果。

8 测定低限和精密度

8.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.05 %。

8.2 精密度

在同一实验室、由同一操作者使用相同设备、按相同的测试方法并在短时间内对同一被测对象进行相互独立的测试，两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20 %。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 样品来源及描述；
 - b) 本标准的编号；
 - c) 与本标准的差异；
 - d) 测试结果和表示方法；
 - e) 试验日期。
-