

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.4—2012
代替 GB/T 8151.4—2000

锌精矿化学分析方法 第4部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 4: Determination of silicon dioxide content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2012-12-31 发布

2013-10-01 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 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分：

- 第 1 部分：锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 12 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法；
- 第 14 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：铟量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：铊量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 19 部分：金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：铜、铅、铁、砷、镉、铋、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 8151.4—2000《锌精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定》。与 GB/T 8151.4—2000 相比，主要有如下变动：

- 测定范围由 1.00%~10.00% 扩展至 1.00%~15.00%；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：大冶有色金属集团控股有限公司、湖南有色金属研究院、湖南郴州金贵银业股份有限公司、北京矿冶研究总院、铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分主要起草人：张艳云、罗甘、向德磊、刘艳、胡军凯、邹智、庞文林、廖小辉、段群英、高颖剑、王晋平、张万兴。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8151.4—1987、GB/T 8151.4—2000。

锌精矿化学分析方法

第4部分：二氧化硅量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 8151 的本部分规定了锌精矿中二氧化硅量的测定。

本部分适用于锌精矿中二氧化硅量的测定。测定范围：1.00%~15.00%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠熔融分解，在硫酸介质中，硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸，以抗坏血酸还原硅钼杂多酸为钼蓝。于分光光度计波长 650 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和二次蒸馏水。实验所用玻璃器皿均用稀硝酸浸泡后，用二次蒸馏水彻底清洗。

- 3.1 氢氧化钠，优级纯。
- 3.2 硫酸(1+1)。
- 3.3 硫酸(1+9)。
- 3.4 氨水(1+1)。
- 3.5 钼酸铵溶液(80 g/L)，过滤后使用。
- 3.6 抗坏血酸溶液(20 g/L)，当天配制。
- 3.7 对硝基苯酚溶液(1 g/L)。
- 3.8 还原液：抗坏血酸(3.6)与硫酸(3.2)按 1:2 比例混匀，用时现配。
- 3.9 二氧化硅标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 优级纯二氧化硅(预先于 950 °C 灼烧 30 min，置于干燥器中冷至室温)于盛有 5 g 混合熔剂(二份无水碳酸钠与一份碳酸钾混匀)的铂坩埚中，混匀后，再覆盖 2 g 混合熔剂，置于 900 °C~950 °C 高温炉中熔融 1 h，稍冷，将坩埚外部用水吹洗干净后置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加 150 mL 热水浸出，洗净坩埚，冷却，以水稀释至 500 mL，此溶液 1 mL 含 1 mg 二氧化硅。贮存于塑料瓶中。
- 3.10 二氧化硅标准溶液：移取 50.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.9)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 二氧化硅。贮存于塑料瓶中。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

- 5.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

5.2 样品预先在 105 °C ± 5 °C 烘 1 h, 置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.000 1 g。

表 1 试料质量

二氧化硅质量分数/%	试料质量/g
1.00~10.00	0.25
>10.00~15.00	0.15

6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于预先盛有 2 g 氢氧化钠(3.1)的 30 mL 银坩埚中, 再覆盖 3 g 氢氧化钠(3.1), 置于马弗炉中, 由低温逐渐升温至 680 °C, 熔融 30 min 后取出, 冷却。

6.4.2 将坩埚外部用水吹洗干净后放入 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 150 mL 热水、20 mL 硫酸(3.2)浸出完全后洗出坩埚, 冷至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 静置澄清。

6.4.3 吸取上清液 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中。

6.4.4 加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.7), 用氨水(3.4)和硫酸(3.3)调至溶液黄色恰好褪去, 加 2 mL 硫酸(3.3)、30 mL 水、5 mL 钼酸铵溶液(3.5), 每加一种试剂均需混匀, 放置 10 min ~ 20 min, 加 15 mL 还原液(3.8), 用水稀释至刻度, 混匀。放置 30 min。

6.4.5 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中, 以随同试料的空白溶液为参比, 于分光光度计波长 650 nm 处测量吸光度。从工作曲线上查得相应的二氧化硅量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.10)分别于一组 100 mL 容量瓶中, 吹入少量水。以下按 6.4.4 进行。

6.5.2 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长 650 nm 处测量吸光度, 以二氧化硅量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

二氧化硅量以二氧化硅的质量分数 w_{SiO_2} 计, 数值以 % 表示, 按式(1)计算:

$$w_{SiO_2} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得的二氧化硅量，单位为微克(μg)；

V_0 ——试液的总体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——试液分取体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这 2 个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

$w_{\text{SiO}_2}/\%$	0.74	3.69	5.27	7.56	9.30	14.82
$r/\%$	0.14	0.28	0.30	0.32	0.33	0.39

8.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

$w_{\text{SiO}_2}/\%$	0.74	3.69	5.27	7.56	9.30	14.82
$R/\%$	0.16	0.34	0.32	0.35	0.50	0.60

9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 本部分编号 GB/T 8151.4—2012；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

中华人民共和国
国家标准
锌精矿化学分析方法
第4部分：二氧化硅量的测定
钼蓝分光光度法
GB/T 8151.4—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

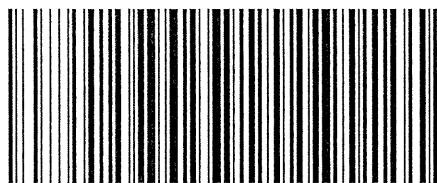
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

*

书号：155066·1-47142

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)68510107



GB/T 8151.4-2012