ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.4—2000

锌精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of silicon dioxide content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前　言

本标准是对 GB/T 8151.4—1987《锌精矿化学分析方法　钼蓝分光光度法测定二氧化硅量》的修订。修订的主要内容是试料的分解方法。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987　冶金产品化学分析　分光光度法通则

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 8151.4—1987。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人：刘新玲、黄春生。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定

GB/T 8151.4—2000

代替 GB/T 8151.4—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of silicon dioxide content

1 范围

本标准规定了锌精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中二氧化硅含量的测定。测定范围：1.00%～10.00%。

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

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水。

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℃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无水碳酸钾混匀)的铂坩埚中，混匀后，再覆盖 2 g 混合熔剂，置于 900～950℃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，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL含 1 mg 二氧化硅。

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)，以水稀释至 500 mL，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 二氧化硅。

4 仪器

分光光度计。

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

5 试样

5.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

5.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.250 0 g 试料。

独立地进行二次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

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

6.3.2 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)浸取完全后洗出坩埚，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。

6.3.3 吸取上清液 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中。

6.3.4 加 1 滴对硝基苯酚，用氨水和硫酸(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，每加一种试剂均需混匀。放置 10～20 min，加 15 mL 还原液，用水稀释至刻度，混匀。放置 30 min。

6.3.5 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 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的二氧化硅量。

6.4 工作曲线绘制

6.4.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 二氧化硅标准溶液分别于一组 100 mL 容量瓶中，以下按 6.3.4 条进行。

6.4.2 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 处测量其吸光度，以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算二氧化硅的百分含量：

$$SiO_2(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：m_1——自工作曲线上查得的二氧化硅量，μg；

V_0——试液总体积，mL；

V_1——分取试液体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

二氧化硅含量	允　许　差
1.00～3.00	0.20
>3.00～4.50	0.30
>4.50～7.00	0.40
>7.00～10.00	0.50