

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.9—2016  
代替 GB/T 6730.9—2006

---

## 铁矿石 硅含量的测定 硫酸亚铁铵还原-硅钼蓝分光光度法

Iron ores—Determination of silicon content—  
Silicomolybdic blue spectrophotometric method reduced by  
ammonium ferrous sulfate

2016-10-13 发布

2017-09-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十部分：

本部分为 GB/T 6730 的第 9 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 6730.9—2006《铁矿石 硅含量的测定 硫酸亚铁铵还原-硅钼蓝分光光度法》，本部分与 GB/T 6730.9—2006 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——修改了硅储备液和硅标准溶液制备的操作；

——修改了试料分解操作的表述；

——修改了测量吸光度操作的表述；

——修改了校准曲线的制备；

——修改了结果处理的表述。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：鞍钢矿业集团、首钢技术研究院、本溪钢铁(集团)有限责任公司、鞍钢股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：赵妍殊、申恒昌、高景俊、陈志华、张磊、孙德明、王丹、马彩云、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6730.9—1986、GB/T 6730.9—2006。





# 铁矿石 硅含量的测定

## 硫酸亚铁铵还原-硅钼蓝分光光度法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了硫酸亚铁铵还原-硅钼蓝分光光度法测定硅含量。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硅含量的测定。测定范围(质量分数): 0.10%~5.00%。

### 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 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

### 3 原理

试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,以稀硫酸浸取,在酸性条件下,使硅酸与钼酸铵形成黄色硅钼杂多酸,然后加入草酸消除磷、砷的干扰,用硫酸亚铁铵将硅钼杂多酸还原为硅钼蓝。在波长 760 nm 处,测量吸光度,借此测定硅的含量。

### 4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂,取 3 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细混匀。

4.2 硫酸, $\rho=1.89$  g/mL。

4.3 硫酸,5+95。

4.4 草酸溶液,50 g/L。

4.5 硫酸亚铁铵溶液,30 g/L。

称取 3 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ,加入 1 mL 硫酸(1+1),用水稀释至 100 mL,溶



解后过滤使用。1周内有效。

4.6 钼酸铵溶液, 50 g/L。储存于塑料瓶中。

4.7 硅标准溶液。

4.7.1 硅储备溶液, 200.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

称取 0.214 0 g 已于 1 000  $^{\circ}\text{C}$  灼烧至恒重的二氧化硅(99.9%以上)置于盛有 4 g 混合熔剂(4.1)的铂坩埚中, 仔细混匀, 再覆盖 1 g 混合熔剂(4.1), 盖上铂盖, 于 900  $^{\circ}\text{C}$ ~950  $^{\circ}\text{C}$  熔融分解 30 min, 取出, 缓缓转动使熔融液体均匀分布在坩埚内壁并冷却, 将坩埚和盖子放入盛有水的聚四氟乙烯烧杯中, 低温加热浸取, 洗出坩埚和盖。冷却至室温, 将浸出液移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀后立即移入塑料瓶中保存。

4.7.2 硅标准溶液, 40.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 100 mL 硅储备溶液(4.7.1)于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 立即移入塑料瓶中保存。

4.7.3 硅标准溶液, 10.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 25 mL 硅储备溶液(4.7.1)于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 立即移入塑料瓶中保存。

## 5 仪器

分光光度计及其他实验室常用设备仪器, 单标线容量瓶、分度吸量管和单标线吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

## 6 取样和制样

### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样, 试样粒度应小于 100  $\mu\text{m}$ , 如试样中化合水或易氧化物含量较高时, 其粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ 。

注: 化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

### 6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样, 按 GB/T 6730.1 的规定, 在 105  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$  温度下干燥试样, 于干燥器中冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

对同一预干燥试样, 至少独立测定两次。

注: “独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中, 此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定, 包括采用适当的再校准。

### 7.2 试料量

称取 0.20 g 试料, 精确至 0.000 1 g。



### 7.3 空白试验及验证试验

#### 7.3.1 空白试验

称取与试料量相同的高纯三氧化二铁(铁含量大于 99.98%),随同试料做空白试验。

#### 7.3.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 试料分解

将试料置于盛有 4 g 混合熔剂(4.1)的铂坩埚中,仔细混匀,再覆盖 1 g 混合熔剂(4.1),盖上铂盖,于 900 °C~950 °C 下熔融分解 15 min~30 min,取出坩埚,缓缓转动坩埚使熔融液体均匀分布在坩埚内壁并冷却,将冷却后的坩埚置于盛有 200 mL 硫酸(4.3)的烧杯中低温加热浸取,洗出铂坩埚及盖,冷却至室温,将浸出液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,备用。如有沉淀,采用干过滤法过滤。

#### 7.4.2 显色

分取 5.00 mL(当硅含量小于 1%时,分取 10.00 mL)溶液(7.4.1)两份于 100 mL 容量瓶中,一份用作显色液,一份用作参比液。

##### a) 显色液

取其中一份试液,加 5 mL 钼酸铵溶液(4.6),加 30 mL 水混匀,放置 15 min(当室温低于 15 °C 时,放置 40 min 或于沸水浴中加热 30 s 后立即冷却)。加 10 mL 草酸溶液(4.4),混匀,溶液清亮后 30 s 内加入 10 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。

##### b) 参比液

将另一份试液,加入 10 mL 草酸溶液(4.4)、5 mL 钼酸铵溶液(4.6)、10 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。

#### 7.4.3 测量吸光度

于分光光度计波长 760 nm 处,用适当的比色皿测量吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,在校准曲线上查出试液中的硅量。对硅含量低于 0.5%的试料,可选择在 810 nm 处测量吸光度。

#### 7.4.4 校准曲线的制备

##### 7.4.4.1 当硅含量在 0.1%~1.0%时

分取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL 硅标准溶液(4.7.3)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 空白试验溶液(7.3.1)、5 mL 钼酸铵溶液(4.6),用水稀释至 40 mL,混匀,放置 15 min(当室温低于 15 °C 时,放置 40 min 或于沸水浴加热 30 s 后立即冷却),加 10 mL 草酸溶液(4.4),混匀,溶液清亮后 30 s 内加入 10 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀,以不加硅的显色溶液为参比,于分光光度计波长 760 nm 处,选用合适的比色皿,测量吸光度,绘制校准曲线。

##### 7.4.4.2 当硅含量在 1.0%~5.0%时

分取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 硅标准溶液(4.7.2)于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 空白试验溶液(7.3.1)、5 mL 钼酸铵溶液(4.6),用水稀释至 40 mL,混匀,放置 15 min,当室



温低于 15 ℃时,放置 40 min 或于沸水浴加热 30 s 后立即冷却,加 10 mL 草酸溶液(4.4),混匀,溶液清亮后 30 s 内加入 10 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀,以不加硅的显色溶液为参比,于分光光度计波长 760 nm 处,选用合适的比色皿,测量吸光度,绘制校准曲线。

## 8 结果的计算

### 8.1 硅含量的计算

按式(1)计算试样中硅含量(质量分数) $w_{\text{Si}}$ :

$$w_{\text{Si}} = \frac{m \times V_0}{V \times m_0 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m$  ——在校准曲线上查取显色液中的硅量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$  ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_0$  ——试料溶液稀释体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$  ——试料量,单位为克(g)。

### 8.2 分析结果的处理

#### 8.2.1 精密度

本分析方法的精密度和准确度用以下回归方程式表示,参见附录 B。

$$R_d = 0.015X + 0.011 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$P = 0.022 \ 9X + 0.018 \ 4 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\sigma_d = 0.005 \ 3X + 0.004 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\sigma_L = 0.008 \ 2X + 0.006 \ 6 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $X$  ——预干燥试样的硅含量(质量分数),用百分数(%)表示,计算如下:
  - 实验室内,按式(2)和式(4)计算,其为两次重复测定结果的算术平均值;
  - 实验室间,按式(3)和式(5)计算,其为两个实验室最终结果(8.2.5)的算术平均值。
- $R_d$  ——实验室内重复测定的允许差;
- $P$  ——实验室间的允许差;
- $\sigma_d$  ——实验室内重复测定的标准偏差;
- $\sigma_L$  ——实验室间的标准偏差。

#### 8.2.2 分析结果的确定

按照附录 A 中步骤,根据式(1)计算独立重复测量结果,与重复测定允许差( $R_d$ )进行比较,来确定分析结果。

#### 8.2.3 实验室间精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报告的最终结果之间的一致性。两个实验室按照 8.2.2 中规定的相同步骤报告结果后,按式(6)计算最终结果的平均值  $\mu_{12}$ :

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad \dots\dots\dots (6)$$



式中：

- $\mu_1$  ——实验室 1 报告的最终结果；
  - $\mu_2$  ——实验室 2 报告的最终结果；
  - $\mu_{12}$  ——最终结果的平均值。
- 如果  $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$  (见 8.2.1), 最终结果是一致的。

8.2.4 分析值的验收

分析值的验收使用有证标准样品进行验证。步骤与以上所述相同。确认精密度后, 实验室最终结果与标准值  $A_c$  比较。如：

- a)  $|\mu_c - A_c| \leq C$ , 测量值与标准值之间无显著差异。
- b)  $|\mu_c - A_c| > C$ , 测量值与标准值之间有显著差异。

式中：

- $\mu_c$  ——标准样品的测量值；
- $A_c$  ——标准样品的标准值；
- $C$  ——该值取决于所使用标准样品的种类。

对通过实验室间确定的标准样品, 按式(7)计算  $C$ ：

$$C = 2 \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c)} \dots\dots\dots (7)$$

式中  $V(A_c)$  是标准值  $A_c$  的方差。

对仅有一个实验室确定的标准样品, 按式(8)计算  $C$ ：

$$C = 2 \sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n}} \dots\dots\dots (8)$$

注：除非已确证该标准值没有偏差, 否则不应采用此类标准样品。

8.2.5 最终结果的计算

最终结果是试样可接受分析值的算术平均值, 或者按附录 A 规定的操作进行计算, 并按 GB/T 8170 数字修约规则的规定进行修约。

8.3 氧化物换算系数

按式(9)计算氧化物含量  $w_{SiO_2}$ ：

$$w_{SiO_2} = 2.139 \ 5 w_{Si} \dots\dots\dots (9)$$

9 试验报告

试验报告应包括下列信息：

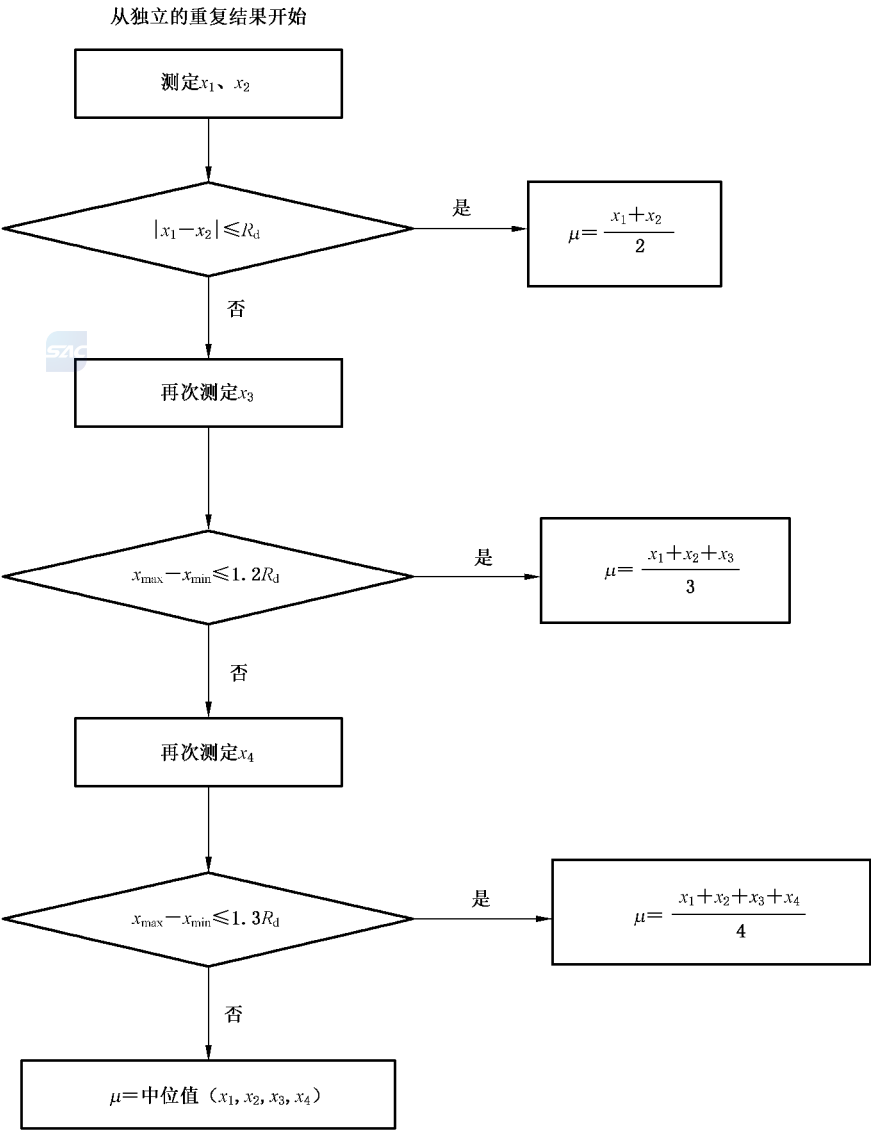
- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 试料本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。





附录 A  
(规范性附录)  
试样分析值接收程序流程图

图 A.1 规定了试样分析值接收程序。



注：R<sub>d</sub> 见 8.2.1 中定义。

图 A.1 试样分析值接收程序流程图



附 录 B  
(资料性附录)

精密度试验用铁矿石试样

在 8.2.1 中的回归方程式是 2004 年由国内 8 个实验室对 9 个铁矿石试样所做的分析试验结果推导出来的。

试验所用的试样见表 B.1。

表 B.1 精密度试验用试样

| 试 样       | 二氧化硅含量(质量分数) % |
|-----------|----------------|
| 本溪铁精矿     | 0.168          |
| 山东冶研院磁铁精矿 | 0.977          |
| 钢铁总院赤铁矿   | 1.846          |
| 太原进口铁矿    | 2.281          |
| 鄂城铁精矿     | 2.501          |
| 重钢赤铁矿     | 4.982          |
| 武钢铁矿石     | 6.473          |
| 鞍钢铁矿石     | 17.911         |
| 攀钢钒钛矿     | 11.905         |

