

中华人民共和国国家标准

天青石矿石中硅含量的测定 钼蓝分光光度法

Celestite ores—Determination of silicon content—Molybdenum
blum spectrophotometric method

UDC 549.761.3
:543.06

GB 9018.5—88

调整为: HG/T 2958.5-1988

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼蓝分光光度法测定天青石矿石中的硅含量。
本标准适用于二氧化硅含量小于20%的天青石矿石产品。

2 方法提要

试样经氢氧化钠熔融,水浸取后酸化。在 $\text{pH}1.1 \pm 0.2$ 条件下,钼酸钠与硅酸生成硅钼酸盐,在草酸-硫酸介质中用抗坏血酸将其还原为蓝色络合物。于分光光度计700~800 nm处测量其吸光度。

3 试剂和溶液

本方法使用二次蒸馏水或等同纯度的水。

- 3.1 氢氧化钠(GB 629—81);
- 3.2 氢氧化钠:10%溶液。贮于塑料瓶中;
- 3.3 过氧化钠;
- 3.4 无水碳酸钠(GB 639—77);
- 3.5 对硝基酚:0.5%乙醇溶液;
- 3.6 盐酸(GB 622—77):1+1溶液;
- 3.7 盐酸:1+2溶液;
- 3.8 盐酸:1+9溶液;
- 3.9 硫酸(GB 625—77):1+3溶液;
- 3.10 草酸(HG 3—988—76):5%溶液;
- 3.11 抗坏血酸:2.5%溶液(使用时配制);
- 3.12 钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (HGB 3401—62):14%溶液。称取35 g钼酸钠于塑料烧杯中,加250 mL 50℃热水,溶解完全后,冷却至室温。将溶液转移到塑料瓶中(使用时配制并过滤);
- 3.13 二氧化硅(高纯试剂);
- 3.14 二氧化硅标准溶液:20.0 mg/L。称取0.5000 g预先在1000℃灼烧30 min的二氧化硅(3.13)于铂坩埚中。加5 g无水碳酸钠(3.4),混匀,再覆盖1 g无水碳酸钠(3.4),于马弗炉中1000℃熔融30 min,取出,冷却。将坩埚置于盛有100 mL热水的聚四氟乙烯烧杯中,加热浸取熔块,至溶液清亮。用热水洗出坩埚及盖,冷却至室温,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。立即将溶液移入塑料瓶中。

吸取20.00 mL上述溶液置于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含20 μg 二

氧化硅(使用时配制)。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

试样通过 0.075 mm 筛(GB 6003—85),于 105~110℃烘至恒重,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 按表 1 称取试样(称准至 0.000 2 g)于银坩埚中,加 3 g 氢氧化钠(3.1),少许过氧化钠(3.3),盖上坩埚盖(留一缝隙)。将坩埚置于马弗炉中,从低温升至 300℃,停留 10 min,继续升至 700℃,保持 30 min,取出冷却。将坩埚置于盛有 50 mL 热水的聚四氟乙烯烧杯中,低温加热,浸出熔融物。用热水洗净坩埚[必要时用 2~3 滴盐酸(3.8)溶解坩埚壁上的残留物]。按表 1 移入相应的容量瓶中,迅速加规定量的盐酸(3.6),摇匀,冷却,用水稀释至刻度,摇匀。用双层中速滤纸干滤。

表 1

二氧化硅含量, %	称样量, g	稀释用容量瓶体积, mL	加盐酸(3.6)体积, mL
≤1	0.4	250	20
1~5	0.2	250	20
>5~10	0.1	250	20
>10~20	0.1	500	30

6.2 吸取 5.00 mL 滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 30 mL。加 1 滴对硝基酚指示液(3.5),用氢氧化钠溶液(3.2)和盐酸(3.8)调节溶液由黄色刚变为无色。

6.3 加 4.0 mL 盐酸(3.7),摇匀。加 10.0 mL 钼酸钠溶液(3.12),摇匀,放置 10 min(此时溶液 pH=1.1±0.2)。在摇动下加 10 mL 草酸溶液(3.10),放置 5 min。加 5 mL 硫酸(3.9)摇匀。加 2 mL 抗坏血酸溶液(3.11),用水稀释至刻度,摇匀。

6.4 10 min 后,选用 1 cm 吸收池,于分光光度计在 700~800 nm 范围,选择合适的波长,以空白试验溶液为参比溶液,在 60 min 内测量其吸光度。

同时作空白试验。

7 标准曲线的绘制

用微量滴定管量取 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.14)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 30 mL,加 1 滴对硝基酚指示液(3.5),用盐酸(3.8)调节溶液由黄色刚变为无色。以下按分析步骤 6.3、6.4 条进行。以试剂空白为参比溶液,测量其吸光度。

以 100 mL 标准比色溶液所含二氧化硅的微克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

8 结果的计算

二氧化硅(SiO₂)的百分含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{5}{V}} \times 100$$

式中: m_1 ——标准曲线上查得的二氧化硅量, μg ;

V ——试液总体积, mL;

m ——试样的质量, g。

9 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于表 2 中所示值。

表 2

%

二 氧 化 硅 (SiO ₂)	允 许 差
0.10~1.00	0.08
>1.00~5.00	0.20
>5.00~20.00	0.35

附加说明:

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人王和平、辜丽华。