

中华人民共和国国家标准

UDC 549.761.3
:543.06

天青石矿石中硅含量的测定 高氯酸脱水重量法

GB 9018.6—88

Celestite ores—Determination of silicon content—Perchloric acid
dehydration gravimetric method

调整为: HG/T 2958.6-1988

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高氯酸脱水重量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大于15%的天青石矿石产品。

2 方法提要

试样预先在1200℃高温灼烧,除去大部分硫酸根,用氢氧化钠熔融,盐酸浸取,高氯酸蒸发冒烟,使硅酸脱水。过滤,灼烧,称量,用氢氟酸除硅,称量残渣,由其失重计算二氧化硅的含量。

3 试剂和溶液

- 3.1 氢氧化钠(GB 629—81);
- 3.2 过氧化钠;
- 3.3 盐酸(GB 622—77);
- 3.4 盐酸:1+1溶液;
- 3.5 盐酸:1+9溶液;
- 3.6 盐酸:1+99溶液;
- 3.7 高氯酸(GB 623—77)(70%);
- 3.8 硫酸(GB 625—77):1+1溶液;
- 3.9 氢氟酸(GB 620—77)(40%)。

4 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。

5 分析步骤

- 5.1 称取0.3~0.5 g试样(称准至0.0002 g)置于刚玉坩埚中,送入已升温至800℃的马弗炉中,继续升温至1200℃,在此温度下灼烧1 h,取出冷却。
- 5.2 在灼烧的试样中加4 g氢氧化钠(3.1),少许过氧化钠(3.2),将坩埚置于马弗炉中,由低温升至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40 mL热水的250 mL烧杯中,盖上表面皿,立即从杯口徐徐加入30 mL盐酸(3.3),边加边摇动,避免反应太激烈。反应停止后,用少量盐酸(3.4)和热水洗净坩埚。
- 5.3 将烧杯及其内容物置于电热板上加热蒸发溶液至70 mL,加10 mL盐酸(3.3),25 mL高氯酸

(3.7),继续蒸发至冒浓厚的高氯酸白烟,但避免蒸发干涸。

5.4 溶液冷却,加 15 mL 盐酸(3.4),用热水冲洗表面皿及杯壁,加热搅拌溶解可溶性盐类。放置片刻。

用带有少量纸浆的中速滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒擦净烧杯壁上的沉淀,将沉淀转移到滤纸上。用水洗烧杯 2~3 次,用热盐酸(3.5)洗沉淀 6~7 次,最后用温水洗 8 次以上(必须洗净高氯酸)。

5.5 将滤液蒸发浓缩至 70 mL,加 15 mL 高氯酸(3.7),重复蒸发至冒浓厚的高氯酸白烟,但避免蒸发干涸,以下按分析步骤 5.4 条进行。其中将盐酸洗液(3.5)改用较稀盐酸洗液(3.6)。

5.6 将两次所得的带沉淀的滤纸置于铂坩埚中,小心干燥灰化,然后置于马弗炉中,在 950℃灼烧 1 h。取出,置于干燥器中冷却,称量,重复灼烧至恒重。

用数滴水润湿沉淀,加 5 滴硫酸(3.8),5~15 mL 氢氟酸(3.9),加热蒸发冒尽三氧化硫白烟。将坩埚置于马弗炉中,在 950℃灼烧 30 min,取出,置于干燥器中冷却,称量,重复灼烧至恒重。

同时作空白试验。

6 分析结果的计算

二氧化硅(SiO_2)的百分含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_3 ——氢氟酸处理前空白试验的沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_4 ——氢氟酸处理后空白试验的沉淀与铂坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

7 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于下表中所示值。

| | | % |
|----------------------------|-------|---|
| 二 氧 化 硅 (SiO_2) | 允 许 差 | |
| 15.00~25.00 | 0.40 | |
| >25.00~35.00 | 0.45 | |
| >35.00 | 0.55 | |

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。