



中华人民共和国国家标准

GB 6730.9—86

铁矿石化学分析方法 硅钼蓝光度法测定硅量

Methods for chemical analysis of iron ores
The silicomolybdic blue photometric method
for the determination of silicon content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

铁矿石化学分析方法
硅钼蓝光度法测定硅量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.9—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The silicomolybdic blue photometric method
for the determination of silicon content

代替 GB 1364—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硅量的测定。测定范围：0.10~1.50%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融，以稀盐酸浸取。在0.20~0.25mol/l的酸度下，使硅酸与钼酸生成黄色硅钼酸。然后加入草硫混酸消除磷的干扰，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原成硅钼蓝。在波长810nm处，测量其吸光度，借此测定硅量。

2 试剂

2.1 混合熔剂：取2份无水碳酸钠与1份硼酸研细混匀。

2.2 盐酸（1+6）。

2.3 草硫混酸：将3g草酸溶于100ml硫酸（1+9）中，搅拌溶解。

2.4 钼酸铵（5%）：称取5g钼酸铵，用热水溶解，用水稀释至100ml，过滤后使用。

2.5 硫酸亚铁铵（5%）：称取5g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，加1ml硫酸（1+1），用水稀至100ml，搅拌溶解，过滤后使用（一周内有效）。

2.6 硅标准溶液

2.6.1 称取0.2139g预先在1000℃灼烧1h的二氧化硅（99.9%以上），置于铂坩埚中，加2.5g混合熔剂（2.1）混匀，于950℃左右熔融约20min，冷却，在塑料烧杯中用沸水浸取，用水洗出坩埚，冷至室温，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入塑料瓶中保存，此溶液1ml含0.20mg硅。

2.6.2 移取25.00ml硅标准溶液（2.6.1），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入塑料瓶中保存。此溶液1ml含10μg硅。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100μm，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160μm。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

称取0.2000g试样(硅含量低于0.5%时称取0.2500g)。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样,分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

将试样(4.2)置于铂坩埚中,加2.5g混合熔剂(2.1),混匀,于950℃熔融15~30min,取出,摇动坩埚,冷却,将坩埚置于预先盛有100ml盐酸(2.2)的烧杯中^①,在搅拌下,加热浸取熔融物至溶液清亮,用水洗出坩埚,冷至室温,移入250ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀^②。

注:① 对含氟试样,需在塑料杯中于沸水浴上浸取熔融物。冷至室温后,移入250ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入塑料瓶中。

② 试液放置不应过夜。

4.5.2 显色、测量

4.5.2.1 分取(4.5.1)制备的溶液5.00ml^①,置于50ml容量瓶中,加5ml空白试验溶液,加10ml水。

4.5.2.2 加5ml钼酸铵(2.4),混匀。放置10~15min(室温低于20℃时放置20~30min)。加15ml草硫混酸(2.3)混匀。隔30s后,立即加5ml硫酸亚铁铵(2.5)混匀(从加草硫混酸起至开始加硫酸亚铁铵止不超过40s)。用水稀释至刻度,混匀。放置10min。

4.5.2.3 将部分溶液移入2cm比色皿^②中,以随同试样空白为参比,于分光光度计波长810nm处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。

注:① 对含钡试样,如溶液浑浊,需于过滤后,再分取5.00ml。

② 硅含量在0.2%以下的试样,测吸光度和绘制工作曲线时均用3cm比色皿。

4.6 工作曲线的绘制

移取0, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00, 6.00, 7.00ml硅标准溶液(2.6.2),分别置于50ml容量瓶中,用水稀释至10ml,各加10ml空白试验溶液,混匀。以下按4.5.2.2进行。将部分溶液移入2cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长810nm处测量其吸光度。以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:用3cm比色皿时:取0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00ml硅标准溶液(2.6.2)绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按式(1)计算硅的百分含量:

$$Si(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K \quad (1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的硅量, μg ;

m ——试样量, g;

V_1 ——分取试液体积, ml;

V ——试液总体积, ml;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数(如使用预干燥试样,则 $K = 1$), A 是按照

GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表 1 所列的允许差时, 则试样分析值有效, 否则无效, 应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差, 不大于表 1 所列允许差时; 则可予以平均, 计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时, 则应按附录 A 的规定, 进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算:

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第四位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

6 允许差

表 1

%

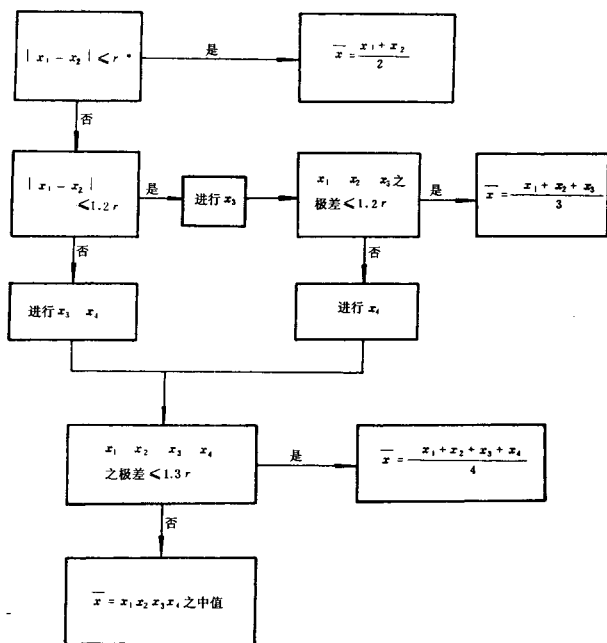
硅 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.10 ~ 0.50	± 0.02	0.03
> 0.50 ~ 1.00	± 0.03	0.04
> 1.00 ~ 1.50	± 0.04	0.05

7 氧化物系数

按式 (2) 计算二氧化硅百分含量:

$$\text{SiO}_2 (\%) = 2.139 \times \text{Si} (\%) \quad (2)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由重庆钢铁公司、四川大学起草。

本标准主要起草人方国桢、顾永祚、蒋茶仙。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部标准 YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中二氧化硅的测定作废。

*r 即表 1 中所列允许差。