

氟石化学分析方法
钼蓝分光光度法测定二氧化硅量

UDC 549.454
: 543.42
: 546.28-31
GB 5195.8-85

Methods for chemical analysis of fluorspar
The molybdenum blue photometric method for the
determination of silicon dioxide content

本标准适用于氟石中二氧化硅量的测定。测定范围：0.10~2.00%。

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-硼砂熔融，以稀盐酸浸取。在0.05~0.20N酸度下，使硅酸与钼酸铵生成黄色硅钼杂多酸，加入乙醇以提高方法的灵敏度和稳定性。调整酸度为3N以消除磷、砷的干扰，用抗坏血酸将硅钼黄还原成硅钼蓝。于分光光度计波长700nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 碳酸钠（基准试剂）。

2.2 无水碳酸钠与硼砂（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）等量混合、研磨、混匀。

2.3 乙醇。

2.4 盐酸（16+84）。

2.5 盐酸（1+1）。

2.6 钼酸铵溶液（10%）。

2.7 抗坏血酸溶液（1%），用时现配。

2.8 高锰酸钾溶液（1%）。

2.9 二氧化硅标准溶液：称取0.2000g预先在1050℃灼烧5min并置于干燥器中冷至室温的二氧化硅（基准试剂），置于铂坩埚中，用2.0g碳酸钠（2.1）混匀，上面再覆盖1.0g。盖上坩埚盖并稍留缝隙，置于高温炉中，由低温升至950℃后熔融30min，取出，冷至室温。将坩埚放入250ml聚四氟乙烯烧杯中，加入100ml水，加热至微沸，待熔块完全溶解后用水洗出坩埚及盖，冷至室温，迅速转入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。再迅速转入干燥的聚乙烯瓶中，备用。此溶液1ml含0.0002g二氧化硅。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 试样应通过240目筛网。

4.2 试样需预先在 105 ± 1 ℃干燥2h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，取其平均值。

5.2 试样量

称取0.2000g试样。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样（5.2）置于预先盛有2.0g碳酸钠与硼砂混合熔剂（2.2）的铂坩锅中，小心混匀，并再覆盖1.0g。

5.4.2 将铂坩锅盖上坩锅盖并稍留缝隙，置入高温炉中，由低温升至900~950℃后，熔融20~30min，取出冷却。

5.4.3 将坩锅置于250ml聚四氟乙烯烧杯中，加入100ml盐酸（2.4），加热至微沸，待熔块全部溶解后，用热水洗出坩锅及盖，溶液冷至室温。

5.4.4 将溶液（5.4.3）用快速滤纸过滤于200ml容量瓶中，用水洗涤烧杯及滤纸各4~5次，并稀释至刻度。混匀后立即将试液转入另一干燥塑料杯中。

5.4.5 移取5.00ml试液（5.4.4），置于150ml烧杯中，加20ml水、1滴高锰酸钾溶液（2.8），混匀。加入10ml乙醇（2.3）混匀，加热至沸，立即转入预先盛有2.5ml钼酸铵（2.6）的100ml容量瓶中，混匀。

5.4.6 将溶液（5.4.5）放置10min，加入50ml盐酸（2.5），混匀。放置2min，立即加入5ml抗坏血酸（2.7），混匀。放置30min，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.7 将部分溶液（5.4.6）移入1cm的比色皿中，以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长700nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

5.5 工作曲线的绘制

移取0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50, 0.75, 1.00ml二氧化硅标准溶液（2.9）于一组预先盛有5.0ml空白试液的150ml烧杯中，以下按5.4.5款，5.4.6款，与试样同时显色。按5.4.7款测量其吸光度。以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算二氧化硅的百分含量：

$$\text{SiO}_2 (\%) = \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的二氧化硅量，g；

V_0 ——试液的总体积，ml；

V_1 ——分取试液的体积，ml；

m_0 ——试样量，g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

GB 5195.8—85

		%
二 氧 化 硅 量	允 许 差	
0.10~0.20	0.05	
>0.20~1.00	0.07	
>1.00~2.00	0.10	

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由浙江省萤石矿山公司负责起草。

本标准由浙江省冶金研究所起草。

本标准主要起草人姜日辉、唐进惠。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准 YB 322—65《萤石化学分析方法》作废。