



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.12—2004
代替 GB/T 1831—1979

锡精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of silicon dioxide content—The silicomolybdenum
blue spectrophotometric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准是对 GB/T 1831—1979《锡精矿中二氧化硅量的测定(硅钼蓝吸光光度法)》的修订。

本标准与 GB/T 1831—1979 相比,主要有如下变动:

- 采用过氧化钠-无水碳酸钾直接熔融分解试样;
- 硅钼黄显色时的盐酸浓度由 0.10 mol/L 提高到 0.30 mol/L;
- 使用抗坏血酸和硫酸亚铁铵混合还原液;
- 测定波长由 700 nm 改为 660 nm。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1831—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由云南省有色地质局 308 队、个旧市冶金研究所参加起草。

本标准主要起草人:汤建所、王青、李伯珍、刘影。

本标准主要验证人:张微、姚惠宁、苏林建。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1831—1979。

锡精矿化学分析方法

二氧化硅量的测定

硅钼蓝分光光度法

1 范围

本标准规定了锡精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中二氧化硅含量的测定。测定范围:0.10%~10.00%。

2 方法原理

试样以过氧化钠-无水碳酸钾熔融分解,浸取酸化后,分取部分试液在盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.30\text{ mol/L}$]中与钼酸铵形成硅钼黄。于盐酸溶液中加入抗坏血酸和硫酸亚铁铵混合还原液,生成硅钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处,测其吸光度。

3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 无水碳酸钾。

3.3 无水碳酸钠。

3.4 无水乙醇。

3.5 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)。

3.6 硫酸($\rho 1.84\text{ g/mL}$)。

3.7 氨水($\rho 0.90\text{ g/mL}$)。

3.8 盐酸(1+1)。

3.9 盐酸(1+3)。

3.10 硫酸(1+1)。

3.11 氨水(1+1)。

3.12 钼酸铵溶液(100 g/L):过滤后使用。

3.13 草酸溶液(100 g/L)。

3.14 高锰酸钾溶液(30 g/L)。

3.15 对硝基酚溶液(1 g/L)。

3.16 酚酞溶液(5 g/L)。

3.17 混合还原液:A液 200 mL 抗坏血酸溶液(5 g/L);B液 200 mL 硫酸亚铁铵溶液(50 g/L),加 100 mL 硫酸(1+1);A液和 B液合并后加 20 g 酒石酸溶解,此混合液在 10 天内使用有效。

3.18 二氧化硅标准溶液:称取 0.100 0 g 二氧化硅($\geq 99.99\%$)于铂坩埚中,加 2 g 无水碳酸钾-碳酸钠(1+1)混匀。于箱式电阻炉中在 800℃左右熔融至红色透明,取出坩埚冷却至室温,用温水浸取熔融物于塑料烧杯中,滴加 2 滴酚酞溶液,用硫酸(3.10)中和至红色消失,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移入塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 二氧化硅。

4 试样

4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。