

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 990.10—2014

冰铜化学分析方法 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of copper matte—
Part 10: Determination of silicon dioxide content—
Molybdenum blue spectrophotometry and potassium
fluosilicate titrimetric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 990《冰铜化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金量和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；
- 第 4 部分：铋量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：镉量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；
- 第 11 部分：镍量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 13 部分：氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 15 部分：铈量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铅、锌、镍、砷、铋、铈、钙、镁、镉、钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 990 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中条山有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 1 起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分方法 1 参加起草单位：广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)、阳谷祥光铜业有限公司、白银有色集团股份有限公司、北京有色金属研究总院。

本部分方法 2 起草单位：中条山有色金属集团有限公司。

本部分方法 2 参加起草单位：大冶有色金属集团控股有限公司、云南铜业股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、白银有色集团股份有限公司、广州有色金属研究院。

本部分方法 1 主要起草人：高颖剑、冯先进、戴凤英、谢辉、万双、戚月花、王同敏、郑省政、陈云红、杨萍。

本部分方法 2 主要起草人：董俊龙、常冀湘、李鸿英、樊兰菊、张高社、潘桂萍、潘晓玲、陈渝滨、郑文英、张淳、肖晓辉、王红燕、张彦翠、戴凤英、谢辉。

冰铜化学分析方法

第 10 部分：二氧化硅量的测定

硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法

1 范围

YS/T 990 的本部分规定了冰铜中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于冰铜中二氧化硅含量的测定，方法 1 测定范围为 0.50%~2.00%；方法 2 测定范围为 2.00%~22.00%。

2 方法 1：硅钼蓝分光光度法

2.1 方法提要

试料经氢氧化钾熔融，在弱酸性溶液中，硅酸能与钼酸铵生成可溶性黄色硅钼杂多酸，此杂多酸能被硫酸亚铁还原成硅钼蓝，采用不加钼酸铵溶液为参比，于分光光度计波长 650 nm 处测量吸光度，以工作曲线计算二氧化硅的含量。

2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水。

2.2.1 混合熔剂：二份无水碳酸钠与一份硼酸研细混匀。

2.2.2 氢氧化钾。

2.2.3 硫酸亚铁铵。

2.2.4 草酸。

2.2.5 抗坏血酸。

2.2.6 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.7 盐酸(1+1)。

2.2.8 盐酸(1+6)。

2.2.9 盐酸(8+92)。

2.2.10 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.11 氢氧化钾溶液(200 g/L)。

2.2.12 钼酸铵溶液(100 g/L)：称取 50 g 钼酸铵溶于 500 mL 沸水中，混匀。

2.2.13 还原液：将 12.5 g 硫酸亚铁铵(2.2.3)、16.2 g 草酸(2.2.4)、1 g 抗坏血酸(2.2.5)、67.5 mL 硫酸(2.2.10)溶于 740 mL 水中，混匀。

2.2.14 二氧化硅标准贮存溶液：准确称取 0.100 0 g 二氧化硅($w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$)于铂坩埚中，加入 5 g 混合熔剂(2.2.1)，混匀，表面再覆盖 2 g 熔剂(2.2.1)，加盖于 900 °C~950 °C 马弗炉中熔融 1 h，取出，冷却后，置于聚四氟乙烯烧杯中，加水溶解，待溶液澄清后移入 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 含二氧化硅 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.2.15 酚酞乙醇溶液(10 g/L)：1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇中，混匀。