



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.12—2017
代替 GB/T 1819.12—2004

锡精矿化学分析方法 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Part 12: Determination of silicon dioxide content—
The silicomolybdenum blue spectrophotometry and sodium hydroxide titration

2017-09-29 发布

2018-04-01 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

GB/T 1819《锡精矿化学分析方法》共分为 21 个部分：

- 第 1 部分：水分的测定 热干燥法；
- 第 2 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和碘滴定法；
- 第 6 部分：铋量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铊量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 10 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法；
- 第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：钙、镁、铜、铅、锌、砷、铋、铊、银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 1819 的第 12 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 1819.12—2004《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》。

本部分与 GB/T 1819.12—2004 相比，方法 1 硅钼蓝分光光度法主要有如下变动：

- 还原剂由原来的“混合还原液”修改为“抗坏血酸溶液”；
- 测量波长由原来的“660 nm”修改为“810 nm”；
- 对精密度部分进行修改；
- 增加试验报告条款。

方法 2 氢氧化钠滴定法为新增方法。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

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：云南锡业股份有限公司。

本部分参加起草单位：云南锡业集团(控股)有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公

GB/T 1819.12—2017

司、广西华锡集团股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：解惠芳、张丽、卢启余、冯保琼、张红玲、胡贞贞、王子燕、汤建所、王青、黄雪梅、庞晓珍、钟贵远、魏雅娟、谢辉、李玉红、海兰、苏爱萍、张婷、陈晓东、乔小芳、麦丽碧、许洁瑜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1819.12—2004；

——GB/T 1831—1979。

锡精矿化学分析方法

第 12 部分:二氧化硅量的测定

硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法

1 范围

GB/T 1819 的本部分规定了锡精矿中二氧化硅量的测定。

本部分适用于锡精矿中二氧化硅量的测定方法。方法 1 测定范围:0.10%~10.00%;方法 2 测定范围:5.00%~20.00%。

测定范围重叠部分以方法 2 为仲裁分析方法。

2 方法 1 硅钼蓝分光光度法

2.1 方法提要

试料以过氧化钠熔融分解,用沸水浸取,盐酸酸化。在稀盐酸介质中,硅酸与钼酸铵生成硅钼黄;增加盐酸浓度,加入草酸、酒石酸消除磷、砷等元素的干扰,用抗坏血酸将硅钼黄还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 810 nm 处,测量其吸光度。

2.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

2.2.1 过氧化钠。

2.2.2 无水乙醇。

2.2.3 盐酸(1+1)。

2.2.4 盐酸(1+3)。

2.2.5 高锰酸钾溶液(30 g/L)。

2.2.6 钼酸铵溶液 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (100 g/L):过滤后使用,贮存于塑料瓶中。

2.2.7 草酸-酒石酸混合溶液:称取 100 g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、40 g L(+)-酒石酸($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)溶解于水中,用水稀释至 1 000 mL,贮存于塑料瓶中。

2.2.8 抗坏血酸溶液(20 g/L):用时配制。

2.2.9 二氧化硅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 二氧化硅(w_{SiO_2} 99.99%),预先于 800 °C 灼烧至恒重,置于干燥器中冷却至室温置于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠,混匀后,再覆盖 1 g 无水碳酸钠,于 1 000 °C 高温炉中熔融 1 h。取出,稍冷,将坩埚外部用水吹洗干净,置于盛有 100 mL 热水的聚四氟乙烯烧杯中浸取熔融物(可缓慢加热)。浸出完全后,洗净坩埚,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 二氧化硅。贮存于塑料瓶中。

2.2.10 二氧化硅标准溶液 A:移取 25.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(2.2.9)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 二氧化硅。贮存于塑料瓶中。

2.2.11 二氧化硅标准溶液 B:移取 50.00 mL 二氧化硅标准溶液(2.2.10)于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 二氧化硅。贮存于塑料瓶中。