

前 言

本标准是本次修订新增加的分析项目。硅影响烧渣球团炼铁,在评价硫铁矿综合利用和产品出口时,需检验硅项目。为了适应对外贸易和综合利用的需要,增加本标准。

本标准非等效采用 ISO 2598.1:1992《铁矿石——硅含量的测定——重量法》。在试样的处理上与 ISO 2598.1:1992 有所不同,ISO 2598.1:1992 试样处理采用酸分解后再进行碱熔。本标准根据硫铁矿和硫精矿中存在大量还原性物质硫的特点,在试样分解之前预先将试样在 600℃灼烧除去硫,直接碱熔,操作更为简便。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位:化学工业部化工矿山设计研究院。

本标准参加起草单位:云浮硫铁矿企业集团公司、南化公司研究院、大田硫铁矿、川化集团公司、湛江企业集团公司等。

本标准主要起草人:辜丽华、王昭文、张晓梅。

中华人民共和国国家标准

硫铁矿和硫精矿中硅含量的测定 重量法

GB/T 16574—1996
neq ISO 2598-1:1992(E)

Pyrites and concentrate—Determination of
silicon content—Gravimetric method

1 范围

本标准规定了高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量。

本标准适用于硫铁矿和硫精矿产品中二氧化硅含量大于1%的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 6003—85 试验筛

3 方法提要

试样预先在600℃灼烧,除去大部分硫,用氢氧化钠、过氧化钠熔融,盐酸浸取,高氯酸蒸发冒烟,使硅酸脱水。过滤,灼烧,称量。用氢氟酸除硅,称量残渣,由其失量计算二氧化硅的含量。

4 试剂和溶液

本标准所用水应符合GB/T 6682—92中三级水的规格;所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

- 4.1 过氧化钠。
- 4.2 氢氧化钠。
- 4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.4 盐酸溶液:1+1。
- 4.5 盐酸溶液:1+9。
- 4.6 高氯酸:(ρ 1.67 g/mL)。
- 4.7 硫酸溶液:1+1。
- 4.8 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

5 试样

试样通过150 μ m试验筛(GB/T 6003),于100~105℃干燥至恒量,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

- 6.1 称取0.5~1 g试样(精确至0.000 2 g)置于镍坩埚或刚玉坩埚中,将坩埚移入马弗炉中,在600℃

国家技术监督局1996-10-25批准

1997-05-01实施

灼烧 20~30 min, 取出冷却。

6.2 在灼烧过的试样中加入 1~2 g 过氧化钠(4.1), 小心混匀, 上面再覆盖 4~5 g 氢氧化钠(4.2), 将坩埚置于马弗炉中, 由低温升至 300℃, 停留 10 min, 继续升至 650℃, 保持 15 min, 取出, 冷却。

6.3 将坩埚置于盛有 100 mL 热水的 400 mL 烧杯中, 盖上表面皿, 从烧杯口徐徐加入 25 mL 盐酸(4.3), 边加边摇动, 使熔块溶解。用水洗净坩埚。

6.4 再加入 15 mL 盐酸(4.3)、25 mL 高氯酸(4.6), 将烧杯置于电热板上缓缓加热, 蒸发至冒浓厚的高氯酸白烟, 继续加热蒸发保持一段时间, 直至蒸发掉大部分高氯酸, 注意避免蒸发干涸。

6.5 取下稍冷, 加入 25 mL 盐酸溶液(4.4), 用约 30 mL 水冲洗杯壁和表面皿, 加热溶解可溶性盐类, 放置片刻。

6.6 用慢速定量滤纸过滤, 用水冲洗烧杯, 用带橡皮头的玻璃棒擦洗杯壁。先用热盐酸溶液(4.5)洗沉淀 4~5 次, 再用热水洗 12 次以上(洗净高氯酸), 弃去滤液。

6.7 将滤纸连同沉淀移入铂坩埚中, 低温烘干, 灰化滤纸, 然后置于马弗炉 950~1 000℃灼烧 30 min, 取出在干燥器中冷却, 称量, 重复灼烧至恒量。

6.8 用数滴水润湿坩埚中的沉淀, 加入五滴硫酸溶液(4.7), 5~15 mL 氢氟酸(4.8), 缓缓加热直至冒尽三氧化硫白烟, 将坩埚置于马弗炉中, 于 950~1 000℃灼烧 30 min。

6.9 取出, 置于干燥器中冷却, 称量, 重复灼烧至恒量。

6.10 与试样测定同时做空白试验。

7 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硅(SiO_2)含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_3 ——氢氟酸处理前空白试验的沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_4 ——氢氟酸处理后空白试验的沉淀与铂坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

8 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

二氧化硅(SiO_2)含量	允许差
≤ 5.00	0.20
$> 5.00 \sim 10.00$	0.30
$> 10.00 \sim 20.00$	0.40
> 20.00	0.50