



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 191.1 ~ 191.7—2001

铬矿石化学分析方法

Methods for chemical analysis of chromium ores

2001 - 07 - 09 发布

2002 - 01 - 01 实施

国家经济贸易委员会 发布

目 录

YB/T 191.1—2001	铬矿石化学分析方法	重量法测定水分含量	1
YB/T 191.2—2001	铬矿石化学分析方法	滴定法测定三氧化二铬含量	6
YB/T 191.3—2001	铬矿石化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量	12
YB/T 191.4—2001	铬矿石化学分析方法	重铬酸钾滴定法测定全铁含量	16
YB/T 191.5—2001	铬矿石化学分析方法	EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量	24
YB/T 191.6—2001	铬矿石化学分析方法	磷钼蓝分光光度法测定磷含量	30
YB/T 191.7—2001	铬矿石化学分析方法	红外线吸收法测定硫含量	35

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 1 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:刘 冰、于桂萍。

铬矿石化学分析方法
重量法测定水分含量

YB/T 191.1—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The gravimetric method for the determination of moisture content

1 适用范围

本标准规定了用重量法测定水分含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算、允许差。
本标准适用于铬矿石中水分含量的测定。

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为本标准的条文。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 2007.1—1987	散装矿产品取样、制样通则	手工取样方法
GB/T 2007.2—1987	散装矿产品取样、制样通则	手工制样方法
GB/T 2007.6—1987	散装矿产品取样、制样通则	水分测定方法—热干燥法

3 方法提要

称取风干的试料,置于调温 105℃~110℃烘箱中烘干至恒量,由前后重量之差计算出水分含量。

4 仪器与设备

- 4.1 干燥盘:表面光滑、清洁的不锈钢金属盘,规格为 350 mm×240 mm×30 mm。可容纳样层厚度不超过 15.0 mm。
- 4.2 托盘天平:最大称量不小于 3 000 g,感量 0.1 g。
- 4.3 干燥箱:具有可调控温装置,温度误差小于±5℃。并有可使干燥箱内空气流动而又不致吹走试料的鼓风装置。

5 取制样

- 5.1 按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 的规定进行取制样,试样的粒度应小于 10.0 mm。对于过湿或发粘而难于破碎、过筛、缩分的样品,可按附录 A 将样品干燥到制样不发生困难为止(见附录 A)。
- 5.2 试样制备后应立即进行水分测定。若不可能立即测定水分时,应将试样保存于密闭防潮容器内,在大致恒温恒湿条件下保管。
- 5.3 当大样用于测定水分时,从大样中分离出一个测定水分试样,分成两份。
当每个副样用于测定水分时,应由每个副样制取一个试验样。
按表 1 给出的测试份数,依每交货批副样数目从每一试样中制出。

表 1

每一交货批副样数	每一试料测试份数
1(大样)	2
2~7	2
≥8	至少 1

当份样用于测定水分时,至少每一份样制取一个试样。

5.4 当交货批比较大,连续从一个交货批取出的份样应混合成表 2 所指示的测定水分的副样数目。

当需长时间装或卸一个交货批时,至少应在完成作业的每 8 h 将上述份样混合成一个副样。

表 2

交货批重量/t	货物最低付样数	测定份数	测定数
≤5 000	1	2	2
>5 000~15 000	2	2	4
>15 000~30 000	4	2	8
>30 000	5	2	10

6 分析步骤

6.1 试料量

称取最低质量为 1 000.0 g 试料,精确至 0.1 g。

6.2 测定

将试料(6.1)置于已烘干并称重过的干燥盘中,均匀平铺,厚度小于 15.0 mm,将干燥盘放在 105℃~110℃的烘箱中,烘 90 min 后取出立即称量(天平应采取隔热措施)。记录数据后,再烘 30 min 称重,重复此操作,直至恒重为止,即最后两次称量之差小于试料量的 0.05%(质量分数),若再干燥后,试料量增加,则以增重的前一次测定结果作为最终数据。

7 分析结果的计算

7.1 试料水分的计算

用式(1)计算每个水分试料的水分质量分数 $\tau w_i(\%)$,结果表示至小数点后两位:

$$\tau w_i = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——干燥盘质量,单位为 g;
 m_2 ——干燥盘及试料烘干前质量,单位为 g;
 m_3 ——干燥盘及试料烘干至恒量的质量,单位为 g。

7.2 一批矿石水分含量的计算

7.2.1 当由大样制水分样测定水分时,用式(2)计算全批矿石水分含量平均值 $\overline{\tau w}$,结果表示至小数点后两位。

$$\overline{\tau w} = \frac{\tau w_1 + \tau w_2}{2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: τw_1 、 τw_2 ——分别为两个水分试料以质量分数表示的水分测定结果。

7.2.2 当以副样进行水分测定时,用式(3)计算副样水分结果和全批水分结果 $\overline{\tau w}(\%)$,结果表示至小数点后两位。

$$\overline{\tau w} = \frac{\sum_{i=1}^k N_i \tau w_i}{\sum_{i=1}^k N_i} \dots\dots\dots (3)$$

式中： k ——副样数；
 N_i ——第 i 个副样所含份样数；
 w_i ——第 i 个副样的水分，单位为 %；
 i ——1, 2, 3, …, k 。

7.2.3 当一批矿石分成几个质量不相等的部分时，每一部分必须单独测定水分含量，整批矿石的水分含量应用式(4)计算，每一部分的水分结果表示至小数点后 3 位，全批水分结果表示至小数点后两位。

$$\overline{w} = \frac{\sum_{i=1}^k M_i w_i}{\sum_{i=1}^k M_i} \dots\dots\dots (4)$$

式中： k ——整批矿石分成的部分数；
 M_i ——第 i 部分的质量；
 w_i ——第 i 部分的水分，单位为 %；
 i ——1, 2, 3, …, k 。

7.2.4 当用每个份样测定水分时，用式(5)计算全批矿石水分质量分数 $\overline{w}$ (%)。结果表示至小数点后两位。

$$\overline{w} = \frac{\sum_{i=1}^n w_i}{n} \dots\dots\dots (5)$$

式中： w_i ——第 i 个份样的水分，单位为 %；
 n ——份样数。

8 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3%

水分质量分数	允 许 差
≤1.00	0.10
>1.00~5.00	0.30
>5.00~8.00	0.40
>8.00	0.50

9 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

附 录 A

(标准的附录)

粘湿矿石水分含量测定方法

样品过湿或发粘难于破碎缩分时,可进行预干燥,在此情况下应按 A1~A3 条规定的方法测得全批矿石的水分含量。然后按 A4~A7 条计算总水分含量。

A1 称量试料质量精确至试料质量的 0.05%。

A2 将试料铺平,置于调至规定温度的干燥装置内,干燥至矿石水分与空气湿度接近平衡,在干燥过程中注意不使细粉末损失掉。

A3 将预干燥后的矿石,再一次称量试样质量,以式(A1)计算试料预干燥水分的质量分数 $w_p(\%)$ 。

$$w_p = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: m_1 ——预干燥前的试料质量,单位为 g;

m_2 ——预干燥后的试料质量,单位为 g。

A4 按照有关标准从预干燥样中制取测定热干燥水分的试料。

A5 按 6.2 条测定试料的热干燥减量,并按 7.1 公式(1)计算预干燥后试料的水分的质量分数 $w_d(\%)$ 。

A6 用公式(A2)计算试样的总水分的质量分数 $w_{pd}(\%)$ 。

$$w_{pd} = w_p + \frac{100 - w_p}{100} \times w_d \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中: w_d ——预干燥后的试料水分的质量分数,单位为 %。

A7 按 7.2 条计算整批水分的质量分数(%)。

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 2 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:刘 冰、吴丽玉。

铬矿石化学分析方法
滴定法测定三氧化二铬含量

YB/T 191.2—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
Titrimetric method for the determination of oxidation chromium content

1 范围

本标准规定了用滴定法测定三氧化二铬含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取制样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石中三氧化二铬含量的测定。测定范围:5.00%(质量分数)~60.00%(质量分数)。

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为本标准的条文。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 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料经过氧化钠熔融,用水浸取熔融物,用硫酸酸化并煮沸,在催化剂硝酸银存在下,用过硫酸铵氧化铬(Ⅲ)至铬(Ⅵ)。用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,再用高锰酸钾标准溶液回滴。采用N-苯基邻氨基苯甲酸指示终点,或用电位滴定直接观察终点。由消耗标准溶液的量计算试料中三氧化二铬的质量分数。

4 试剂与材料

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠:固体。

4.2 尿素:固体。

4.3 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

4.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.5 硫酸(1+1)。

4.6 硫酸(1+4)。

4.7 硫酸锰溶液(1 g/L)。

4.8 硝酸银溶液(1 g/L):每1 L溶液中加0.5 mL硝酸(ρ 1.42 g/mL),用棕色瓶贮存。

4.9 过硫酸铵溶液(250 g/L),用时现配。

4.10 氯化钠溶液(50 g/L)。

4.11 亚硝酸钾溶液(10 g/L)。

4.12 高锰酸钾标准溶液 [$c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$]。

4.12.1 高锰酸钾标准溶液的配制

称取 32.00 g 高锰酸钾溶于 1 000 mL 水中,转移到 10 L 棕色瓶中,加 9 L 水,混匀,放置 7 d~10 d,用锻烧石棉过滤后,备用。

4.12.2 高锰酸钾标准溶液的标定

称取 0.200 0 g 无水草酸钠(已于 130℃~140℃干燥 1 h~1.5 h,并于干燥器中冷却至室温)于 250 mL 锥形瓶中,加入 75 mL 水,微热溶解,加入 15 mL 硫酸(4.5),加热至 70℃~80℃,用高锰酸钾标准溶液(4.12)滴定至溶液粉红色出现,并保持 1 min~2 min 不褪色即为终点。

按式(1)计算高锰酸钾标准溶液的滴定度:

$$T_1 = \frac{m \times 0.378\ 0}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中: T_1 ——1 mL 高锰酸钾标准溶液(4.12.1)相当于三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m ——草酸钠的质量,单位为 g;

V ——滴定所消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

0.378 0——草酸钠换算为三氧化二铬系数。

4.13 硫酸亚铁铵标准溶液 [$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$]。

4.13.1 硫酸亚铁铵标准溶液的配制

称取 40.0 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 硫酸(4.6)溶解,过滤,移入棕色瓶中,稀释至 1 000 mL,混匀,使用前标定。

4.13.2 硫酸亚铁铵标准溶液的标定

称取 0.200 0 g 重铬酸钾(预先于 100℃~110℃烘 3 h~4 h,并于干燥器中冷却至室温)于 500 mL 烧杯中,用 200 mL 水溶解,加入 60 mL 硫酸(4.6),混匀并冷却。把电极(5.2.1)放进烧杯,接通磁搅拌器(5.2.2),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至毫伏计(5.2.3)上出现最大偏转为终点。

按式(2)计算硫酸亚铁铵标准溶液的滴定度:

$$T_2 = \frac{m_1 \times 0.516\ 7}{V_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中: T_2 ——1 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)相当于三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m_1 ——加入重铬酸钾的质量,单位为 g;

V_1 ——滴定消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

0.516 7——重铬酸钾换算为三氧化二铬的系数。

4.13.3 硫酸亚铁铵标准溶液系数的计算:

移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)于预先用高锰酸钾标准溶液(4.12.1)滴定过的空白溶液中,加入 50 mL~60 mL 水,再用高锰酸钾标准(4.12.1)滴定至溶液呈粉红色,并保持 1 min~2 min 不褪色为终点。

按式(3)计算硫酸亚铁铵标准溶液的系数:

$$f = \frac{V_2}{V_3} \dots\dots\dots(3)$$

式中: f ——硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)与高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积比;

V_2 ——滴定消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

V_3 ——加入硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL。

4.14 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液(2 g/L):称取 0.2 g N-苯基邻氨基苯甲酸溶于 100 mL 碳酸钠溶液(2 g/L)中,混匀。

5 仪器与设备

- 5.1 分析中使用通常的实验室仪器、设备。
- 5.2 电位滴定装置。
- 5.2.1 电极对：铂指示电极，甘汞或钨电极为参比电极。
- 5.2.2 磁搅拌器。
- 5.2.3 毫伏计：与电极对(5.2.1)配套的测量 pH 值所用的高阻抗型毫伏计。

6 取制样

按照 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样，试样应通过 0.090 mm 筛孔，并于 105℃～110℃烘 2 h，且于干燥器中冷却至室温，备用。

7 分析步骤

安全须知：过氧化钠具有强烈的氧化性，不能与有机物等还原性物质接触，否则易发生燃烧和爆炸。过氧化钠的废料不得用纸或类似可燃物包裹后丢入废料箱内，应用水冲洗排入下水道内，以免自燃引起火灾。

7.1 试料量

按表 1 称取试料，准确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

三氧化二铬质量分数/%	试料量/g
5.0～20.0	0.50
>20.0～60.0	0.20

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于已盛有 4 g 过氧化钠(4.1)的 30 mL 刚玉坩锅中，搅拌均匀，再覆盖 1 g～2 g 过氧化钠(4.1)，先于电炉盘上加热焙烧，然后于 700℃高温炉中熔融，并保持 5 min。

7.3.2 取出坩埚冷却，将坩埚放入 500 mL 烧杯中，加入 100 mL～150 mL 热水，待剧烈反应停止后，洗出坩埚[如坩埚中粘有熔融物，可滴加硫酸(4.5)和水溶解，洗净坩埚后，取出]。加硫酸(4.5)直至氢氧化物沉淀溶解，并过量 20 mL，加入 5 mL 磷酸(4.3)，加水至体积 300 mL～350 mL。加热分解过氧化氢。

7.3.3 取下稍冷，加入 10 mL 硝酸银溶液(4.8)，10 mL 硫酸锰溶液(4.7)。[若试料中锰的质量分数大于 0.1%则不需加硫酸锰溶液(4.7)]，加 25 mL 过硫酸铵溶液(4.9)，加热至溶液呈紫红色。继续加热煮沸至冒大气泡，加入 10 mL 氯化钠溶液(4.10)，煮沸 10 min。向此溶液中加入 5 mL 硫酸锰溶液(4.7)，继续煮沸 3 min～5 min。

7.3.4 如有粉色出现，则再加入 10 mL 氯化钠溶液(4.10)继续煮沸，直至无粉红色出现。用流水冷却至室温。

7.3.5 滴定

7.3.5.1 指示剂滴定法

用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定(7.3.4)所得溶液至溶液黄色减退但未完全消失时，加入 4 滴 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液(4.14)，继续滴定至溶液变为亮绿色，并过量 5 mL～10 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)，记录硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的总体积 V_4 。再用高锰酸钾标准溶液(4.12.1)滴定

至溶液变为粉红色,并保持 1 min~2 min 不褪色,记录消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)体积 V_5 。

7.3.5.2 电位滴定法

向 7.3.4 所得溶液中加入 60 mL 硫酸(4.6),将电极对(5.2.1)放入烧杯中,接通磁搅拌器(5.2.2),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至毫伏计(5.2.3)上出现最大偏转,记录消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积 V_8 。逐滴加入高锰酸钾标准溶液(4.12.1)直至粉红色出现,并保持 1 min~2 min,再逐滴加入亚硝酸钾溶液(4.11)至粉红色消失,立即加入 1.0 g~1.5 g 尿素(4.2)分解过量亚硝酸钾,继续用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至毫伏计上出现最大偏转,记录消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积 V_9 。

8 分析结果的计算

8.1 指示剂滴定法的分析结果计算

按式(4)计算三氧化二铬的质量分数:

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)(\%) = \frac{[(V_4 \times f - V_5) - (V_6 \times f - V_7)] \times T_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_4 ——滴定试料溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)总的体积,单位为 mL;

V_5 ——滴定试料溶液中过量硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

V_6 ——滴定空白试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)总的体积,单位为 mL;

V_7 ——滴定空白试验溶液中过量的硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)消耗高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积,单位为 mL;

f ——按照(4.13.3)计算出的硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)与高锰酸钾标准溶液(4.12.1)的体积比;

T_1 ——按照(4.12.2)计算出的 1 mL 高锰酸钾标准溶液(4.12.1)相当于三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m_0 ——试料量,单位为 g。

分析结果表示至小数点后两位。

8.2 电位滴定法的分析结果的计算

按式(5)计算三氧化二铬的质量分数:

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)(\%) = \frac{(V_8 - V_9 - V_{10}) \times T_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: V_8 ——滴定试料溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

V_9 ——滴定试料溶液中钒消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

V_{10} ——滴定空白试验溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)的体积,单位为 mL;

T_2 ——按 4.13.2 计算出的 1 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)对三氧化二铬的质量,单位为 g/mL;

m_0 ——试料量,单位为 g。

分析结果表示至小数点后两位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

三氧化二铬的质量分数	允 许 差
5.00～15.00	0.20
>15.00～30.00	0.30
>30.00～60.00	0.40

10 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- a) 鉴别试料、实验室的分析日期等资料；
 - b) 遵守本标准规定的程度；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作，或者任选的操作。
-

前 言

YB/T 191 在《铬矿石化学分析方法》总标题下,包括 7 个独立部分,本标准是其中的第 3 部分。

重量法测定水分含量

滴定法测定三氧化二铬含量

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

重铬酸钾滴定法测定全铁含量

EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁含量

磷钼蓝分光光度法测定磷含量

红外线吸收法测定硫含量

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:吉林铁合金集团有限责任公司。

本标准主要起草人:王 海。

铬矿石化学分析方法

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量

YB/T 191.3—2001

Methods for chemical analysis of chromium ores—
The perchloric acid dehydration gravimetric method
for the determination of silicon dioxide content

1 范围

本标准规定了用高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、取试样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于铬矿石中二氧化硅含量的测定。测定范围：1.00%（质量分数）～30.00%（质量分数）。

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为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.1—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试料经过高氯酸酸溶及碳酸钠-无水硼酸钠回收残渣后，用高氯酸脱水，过滤分离，沉淀经氢氟酸处理，处理前后质量差即为二氧化硅的质量。

4 试剂与材料

分析中，除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂：取无水碳酸钠 2 份与无水硼酸钠 1 份研细混匀使用。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

4.5 无水乙醇。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 盐酸(5+95)。

4.8 硫酸(1+1)。

4.9 硫氰酸铵溶液(50 g/L)。

4.10 硝酸银溶液(10 g/L)。

5 仪器与设备

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 规定进行取制样,试样应通过 0.090 mm 筛孔,并于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温,备用。

7 分析步骤

安全须知:高氯酸具有强烈的氧化性,遇酸、碱、受潮、强热或与易燃物、有机物、还原剂等性质有抵触的物质混存能发生分解,引起燃烧和爆炸,并且溅到皮肤上也是危险的,用时必须在通风橱内进行,并且远离明火。

7.1 试料量

按表 1 称取试料,准确至 0.000 1 g。

表 1

二氧化硅的质量分数/%	试料量/g
<10.0	1.00
≥10.0	0.50

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 高氯酸(4.3)加热溶解至近干,取下冷却。用少量水冲洗烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(4.2),40 mL 温水。加热溶解盐类。立即用中速定量滤纸过滤,收集滤液于 400 mL 烧杯中。用带橡皮头的玻璃棒擦净杯壁,热水洗净烧杯。用热的盐酸(4.7)洗涤滤纸及沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(4.9)检验],再用热水洗涤滤纸及沉淀至无氯离子[用硝酸银溶液(4.10)检验],保留滤液及洗液。

7.3.2 将滤纸及残渣置于铂坩锅中,小心干燥、灰化后,在 800℃高温炉中灼烧 20 min,冷却,加入 3 g~4 g 混合熔剂(4.1),混匀,置于 1 000℃高温炉内熔融 10 min~15 min,取出,冷却,将铂坩锅放入盛有滤液及洗液的烧杯中,加入 30 mL 盐酸(4.6),加热,待熔融物溶解后,用热水洗净坩锅并取出。

7.3.3 将 7.3.2 加热蒸发至 50 mL,加入 50 mL 高氯酸(4.3)。盖上表皿加热冒高氯酸烟至湿盐状。取下冷却,加入 50 mL 盐酸(4.7),50 mL 热水,搅拌溶解盐类。用慢速定量滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒擦净杯壁,用热的盐酸(4.7)洗净杯壁再洗涤滤纸及沉淀至无铁离子[用硫酸氰铵溶液(4.9)检验],再用热水洗涤滤纸及沉淀至无氯离子[用硝酸银溶液(4.10)检验],保留原烧杯、滤液及洗液。

7.3.4 将滤液及洗液加热蒸发至 50 mL,加入 20 mL 高氯酸(4.3),按步骤 7.3.3 进行。

7.3.5 将 7.3.3 和 7.3.4 两次所得的沉淀连同滤纸置于铂坩锅中,小心干燥、灰化后,在 600℃高温炉中灼烧 20 min,取出,冷却,加入 1 mL 盐酸(4.2)、1 mL 无水乙醇(4.5)于低温电炉盘上小心蒸干,并重复一次,然后置于 1 000℃高温炉内灼烧 30 min,取下稍冷后,置于干燥器内,冷却至室温,称量。重复操作至恒量。并记下质量 m_1 。

7.3.6 加水润湿残渣,加入 4 滴~5 滴硫酸(4.8)、5 mL 氢氟酸(4.4),将铂坩锅置于电炉盘上蒸发至冒尽硫酸烟。于 1 000℃高温炉内灼烧 20 min,取下稍冷后,置于干燥器内,冷却至室温,称量。重复操作至恒量。并记下质量 m_2 。

8 分析结果的计算

按式(1)计算二氧化硅的质量分数：

$$w(\text{SiO}_2)(\%) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100$$

.....(1)

式中： m_1 ——氢氟酸处理前沉淀及坩埚的质量，单位为 g；
 m_2 ——氢氟酸处理后沉淀及坩埚的质量，单位为 g；
 m_3 ——氢氟酸处理前空白坩埚的质量，单位为 g；
 m_4 ——氢氟酸处理后空白坩埚的质量，单位为 g；
 m ——试料量，单位为 g。

分析结果表示至小数点后两位。

9 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

二氧化硅的质量分数	允 许 差
1.00~5.00	0.08
>5.00~10.00	0.12
>10.00~20.00	0.25
>20.00~30.00	0.40

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。