



中华人民共和国国家标准

GB/T 24227—2009

GB/T 24227—2009

铬矿石和铬精矿 硅含量的测定 分光光度法和重量法

Chromium ores and concentrates—Determination of silicon content—
Spectrophotometric method and gravimetric method

(ISO 5997:1984 Chromium ores and concentrates—
Determination of silicon content—Molecular absorption
spectrometric method and gravimetric method, MOD)

中华人民共和国
国家标准
铬矿石和铬精矿 硅含量的测定
分光光度法和重量法
GB/T 24227—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

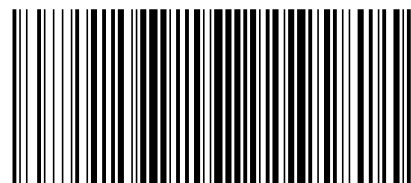
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

书号: 155066·1-39000 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 24227—2009

2009-07-15 发布

2010-04-01 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

恒重的残渣为止。

4.6 结果计算

按式(2)计算硅含量 $w(\text{Si})$ (质量分数),用百分数表示(%):

$$w(\text{Si}) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_1' - m_2')}{m_0} \times 0.4675 \times 100 \times K \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- m_1 ——硅及铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_2 ——除去硅后杂质及铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_1' ——空白试验硅及铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_2' ——空白试验除去硅后杂质及铂坩埚的质量,单位为克(g);
- K ——以干态计算硅含量的换算因子。

4.7 允许差

实验室内分析结果的差应不大于表4所列允许差。

表4 允许差 %

硅含量(质量分数)	允许差
0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.10
>2.00~4.00	0.15
>4.00~8.00	0.20
>8.00~15.00	0.25

4.8 由硅含量换算成二氧化硅含量的转换公式

按式(3)将试样中硅含量换算成二氧化硅含量 $w(\text{SiO}_2)$ (质量分数),用百分数表示(%):

$$w(\text{SiO}_2) = 2.1393 \times w(\text{Si}) \dots\dots\dots(3)$$

5 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 测试实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本标准的编号;
- d) 试样本身必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 测定过程中存在的任何异常特性和在本标准中没有规定的可能对试样的分析结果产生影响的任何操作。

前 言

本标准修改采用 ISO 5997:1984《铬矿石和铬精矿 硅含量的测定 分子吸收光谱法和重量法》(英文版)。

本标准与 ISO 5997:1984 相比,主要做了如下修改:

- 在“2 规范性引用文件”中用国家标准代替对应的国际标准;
- 3.2.6.2 中“硅标准溶液”由 ISO 5997:1984 的“1 mL 该标准溶液含有 0.005 0 mg 硅”修订为本标准的“1 mL 该标准溶液含有 0.002 5 mg 硅”;
- 增加了“3.4 取样和制样”;
- 增加了“3.5.1 测定次数”;
- 增加了“4.4 取样和制样”;
- 增加了“4.5.1 测定次数”;
- 增加了“5 试验报告”。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中华人民共和国天津出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院、宁波检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人:魏红兵、谷松海、王昊云、李安民、冯宇新、杨丽飞、朱晓艳、陈自斌。

的规定。

4.2.1 碳酸钠,无水或在 500 °C 预灼烧。

4.2.2 过氧化钠(Na_2O_2),干粉。

4.2.3 硫酸, ρ 1.84 g/mL。

4.2.4 硫酸,1+1。

4.2.5 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

注:吸入或接触皮肤有中毒的危险。应在远离明火的强力通风厨中操作,避免吸入酸雾和接触皮肤、眼睛和衣服。

4.2.6 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

4.2.7 盐酸,1+4。

4.2.8 盐酸,1+9。

4.2.9 盐酸,1+100。

4.2.10 氢氟酸, ρ 1.13 g/mL。

4.2.11 硝酸, ρ 1.40 g/mL。

4.3 仪器

实验室常用设备仪器。单标线容量瓶和单标线移液管应分别符合 GB/T 12806 和 GB/T 12808 的规定。

4.3.1 坩埚,铁或镍材质,镍棒。

4.3.2 铂坩埚。

4.3.3 马弗炉,能保持 1 000 °C~1 100 °C 温度。

4.4 取样和制样

4.4.1 实验室样品

分析用实验室样品应按 GB/T 24243、ISO 6154 进行取样和制样,粒度应小于 100 μm 。

4.4.2 预干燥试样的制备

将实验室样品充分混合,采用份样缩分法取样。按照 GB/T 24220 的规定,将试样在 105 °C~110 °C 的温度下进行干燥。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定次数

对同一预干燥试样,至少独立测定 2 次。

注:“独立”一词是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

4.5.2 试料

根据预期的硅含量按表 3 称取预干燥试样(4.4.2),精确至 0.000 2 g。

表 3 试料称取量

硅含量(质量分数)/%	试料量/g
0.50~2.50	1.0
>2.50~15.00	0.5

4.5.3 空白试验和验证试验

按照所有的分析步骤随同试料进行空白试验,同时分析同类型标准样品做验证试验。

4.5.4 试料的分解

4.5.4.1 碱熔融分解法

将试料(4.5.2)置于铁坩埚或镍坩埚(4.3.1)中,加入 8 g~10 g 过氧化钠(4.2.2)。用镍棒混匀坩埚中内容物,覆盖 1 g~2 g 过氧化钠(4.2.2),于 750 °C~800 °C 温度下熔融,不时的通过摇动混合坩埚

铬矿石和铬精矿 硅含量的测定 分光光度法和重量法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了分光光度法和重量法测定铬矿石和铬精矿中硅含量。

本标准适用于铬矿石和铬精矿中硅含量的测定。测定范围(质量分数):分光光度法 0.05%~0.5%;重量法 0.5%~15.0%,本标准应遵守 GB/T 24228 的有关规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648:1977)

GB/T 24228 铬矿石和铬精矿 化学分析方法 通则(GB/T 24228—2009,ISO 6629:1981,MOD)

GB/T 24220 铬矿石 分析样品中湿存水的测定 重量法(GB/T 24220—2009,ISO 6129:1981,MOD)

GB/T 24243 铬矿石 采取份样(GB/T 24243—2009,ISO 6153:1989,IDT)

ISO 6154 铬矿石 样品制备

3 分光光度法

3.1 原理

试料用混合熔剂分解,以水浸取熔融物。用盐酸调节溶液的 pH 值,在柠檬酸存在下,硅与钼酸铵反应,生成黄色硅钼酸铵杂多酸,用抗坏血酸将其还原成蓝色硅钼酸铵络合物。用分光光度计对生成的络合物进行光度测量。

3.2 试剂

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,符合 GB/T 6682 的规定。

3.2.1 混合熔剂,取 100 g 无水碳酸钠、50 g 四硼酸钠(预灼烧到不发泡)和 0.5 g 硝酸钾在刚玉或硬钢研钵内研细混匀。

3.2.2 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

3.2.3 盐酸,1+3。

3.2.4 混合酸,取 5 g 柠檬酸和 1 g 抗坏血酸溶解于 100 mL 水中。用时配制。

3.2.5 钼酸铵溶液,50 g/L。

用重结晶的钼酸铵制备溶液,贮存于石英或聚乙烯容器中。重结晶时,将 250 g 钼酸铵溶解于 400 mL 水中,加热到 70 °C~80 °C,用慢速滤纸过滤,冷却至室温。在搅拌下加入 300 mL 精馏乙醇,使