



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.16—2014

GB/T 3884.16—2014

铜精矿化学分析方法 第 16 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 16: Determination of silicon dioxide content—
K₂SiF₆ titrimetric method and gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
第 16 部分：二氧化硅量的测定
氟硅酸钾滴定法和重量法
GB/T 3884.16—2014

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 12 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50543 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)68510107



GB/T 3884.16—2014

2014-12-05 发布

2015-08-01 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

表 5 重复性限

$w_{\text{SiO}_2}/\%$	0.58	1.12	7.90	16.61	24.59	32.12	40.00
$r/\%$	0.08	0.11	0.18	0.24	0.28	0.32	0.36

3.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表6数据采用线性内插法或外延法求得。

表 6 再现性限

$w_{\text{SiO}_2}/\%$	0.58	1.12	7.90	16.61	24.59	32.12	40.00
$R/\%$	0.11	0.14	0.20	0.26	0.31	0.35	0.40

3.7 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面内容:

- 试样;
- 使用的标准 GB/T 3884.16—2014;
- 使用的方法;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察的异常现象;
- 试验日期。

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为18个部分:

- 第1部分:铜量的测定 碘量法;
- 第2部分:金和银量的测定 火焰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:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第5部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第6部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第8部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第9部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代甲酸银分光光度法;
- 第10部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第11部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第12部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第13部分:铜量的测定 电解法;
- 第14部分:金和银量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法;
- 第15部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第16部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法;
- 第17部分:三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法;
- 第18部分:砷、铈、铋、铅、锌、镍、镉、氧化镁、氧化钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3884 的第16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:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:中条山有色金属集团有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司、北京矿冶研究总院、紫金矿业集团股份有限公司、云南铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司。

本部分主要起草人:董效林、李琴美、张光华、王晋平、马丽君、张万兴、常冀湘、董俊龙、邵从和、李鸿英、陈小燕、何梅、袁玉霞、胡军凯、李玉琴、高颖剑、姜求韬、李华荣、罗秀芬、钟跃汉、刘艳、陈渝滨、李朝阳、谢柏华、范娟惠、叶欣、郑文英、张永中。

2.7 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
- 使用的标准 GB/T 3884.16—2014；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

3 方法 2 重量法

3.1 方法提要

试料经过氧化钠熔融分解，盐酸酸化，蒸发至湿盐状，加入动物胶(或阿拉伯树胶)脱水，经过滤洗涤后，将沉淀于 950 °C 灼烧至恒重，用氢氟酸使二氧化硅生成四氟化硅挥发除去，再灼烧至恒重，由氢氟酸处理前后的质量差计算二氧化硅含量。

3.2 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.2.1 过氧化钠。
- 3.2.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 3.2.3 盐酸(5+95)。
- 3.2.4 硫酸(1+1)。
- 3.2.5 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。
- 3.2.6 动物胶(或阿拉伯树胶)溶液(10 g/L):称取 1.0 g 动物胶(或阿拉伯树胶)加入到 100 mL 70 °C ~ 80 °C 的热水中，搅拌至全部溶解。现用现配。
- 3.2.7 硫氰酸铵溶液(50 g/L)。
- 3.2.8 硝酸银溶液(10 g/L):称取 1.0 g 硝酸银溶于 50 mL 水中，加入 1 mL 硝酸(1+1)，用水稀释至 100 mL。
- 3.2.9 饱和硼酸。

3.3 试样

- 3.3.1 样品粒度应不大于 100 μm 。
- 3.3.2 样品应在 100 °C ~ 105 °C 烘干 1 h 后，置于干燥器中冷却至室温。

3.4 分析步骤

3.4.1 试料

按表 4 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 4 试料量

二氧化硅的质量分数/%	试料量/g
0.50~1.00	1.00
>1.00~40.0	0.50

铜精矿化学分析方法 第 16 部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于铜精矿中二氧化硅含量的测定。方法 1 的测定范围为 0.50%~32.00%；方法 2 的测定范围为 0.50%~40.00%。

注：本部分方法 2 为仲裁方法。

2 方法 1 氟硅酸钾滴定法

2.1 方法提要

试料用碱熔融，用热水浸取，酸化后，在强酸性溶液中，加入氯化钾和氟化钾与硅酸根形成氟硅酸钾沉淀，氟硅酸钾在热水中水解，析出等物质量的氢氟酸，以酚酞作指示剂，氢氧化钠标准滴定溶液滴定，根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积计算二氧化硅的质量分数。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 2.2.1 氢氧化钠。
- 2.2.2 氢氧化钾。
- 2.2.3 过氧化钠。
- 2.2.4 氯化钾。
- 2.2.5 邻苯二甲酸氢钾，基准试剂，使用前于 105 °C ~ 110 °C 烘干 2 h。
- 2.2.6 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 2.2.7 盐酸(1+1)。
- 2.2.8 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 2.2.9 氟化钾溶液(200 g/L):称取 100 g 氟化钾溶于 300 mL 水中，加入 100 mL 硝酸(2.2.8)，用水稀释至 500 mL，加入氯化钾(2.2.4)至饱和，混匀，30 min 后干过滤于塑料瓶中备用。
- 2.2.10 洗涤液:称取 250 g 氯化钾(2.2.4)溶于 3 000 mL 水中，加入 1 000 mL 乙醇，用水稀释至 5 000 mL，混匀，加入 1 mL 酚酞乙醇溶液(2.2.15)，用氢氧化钠溶液(2.2.14)中和至溶液呈微红色。
- 2.2.11 氯化钾-乙醇溶液:称取 5 g 氯化钾(2.2.4)溶于 50 mL 水中，加入 50 mL 乙醇，混匀。
- 2.2.12 酒石酸钾钠溶液(10 g/L):称取 10 g 酒石酸钾钠溶于 1 L 水中，煮沸后加入 5 滴酚酞乙醇溶液(2.2.15)，用氢氧化钠溶液(2.2.14)中和至溶液呈微红色。
- 2.2.13 氢氧化钠标准滴定溶液($c_{\text{NaOH}}=0.1$ mol/L)。
- 2.2.13.1 配制：
 - 2.2.13.1.1 称取 110 g 氢氧化钠(2.2.1)溶于 100 mL 无二氧化碳的水中，混匀，注入聚乙烯容器中，密闭放置至溶液清亮。