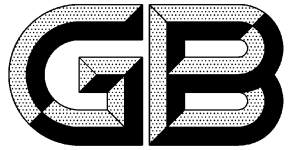


ICS 73.060  
D 42



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3257.2—1999

GB/T 3257.2—1999

## 铝土矿石化学分析方法 重量-钼蓝光度法测定二氧化硅量

Methods for chemical analysis of bauxite—  
Determination of silicon dioxide content—  
Gravimetric-molybdenum blue photometric method

中华人民共和国  
国家标准  
铝土矿石化学分析方法  
重量-钼蓝光度法测定二氧化硅量  
GB/T 3257.2—1999

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6千字  
2000年2月第一版 2000年2月第一次印刷  
印数 1—1 000

\*

书号: 155066·1-16429 定价 8.00 元

\*

标目 398—09



GB/T 3257.2—1999

1999-08-30 发布

2000-04-01 实施

国家质量技术监督局 发布

丝搅匀后再覆盖 1 g, 加盖, 在 1 000℃左右的高温炉中熔融 20 min, 取出, 冷却, 置入塑料杯中用沸水浸取, 用水洗出坩埚, 冷却至室温, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 立即转入干燥的塑料瓶中保存。此溶液每毫升含 0.5 mg 二氧化硅。

### 3.15 二氧化硅标准溶液

分取 25.00 mL 上述溶液(3.14)于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 立即转入干燥的塑料瓶中保存。此溶液每毫升含 0.025 mg 二氧化硅。

## 4 仪器

分光光度计。

## 5 试样

5.1 样品应通过 74 μm 筛。

5.2 分析前应在 105~110℃烘干 2 h, 置于干燥器中, 冷至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 测定次数

对同一试样应独立地进行三次测定, 取其平均值。

### 6.2 试料量

称取 0.5 g 试料, 精确至 0.000 1 g。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)放入铂坩埚中, 加 3 g 混合熔剂(3.1)用铂丝搅匀后再覆盖 1 g 熔剂, 加盖置于高温炉中, 从低温开始升温至 980℃, 并在此温度下保持 30 min 取出坩埚, 冷却。

6.4.2 用滤纸将坩埚外壁擦净后, 放入 150 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加 35 mL 盐酸(3.2)浸取熔融物, 用热盐酸(3.4)洗出坩埚, 低温加热蒸发溶液至 20 mL 左右, 取下, 冷却, 加 6 mL 聚环氧乙烷溶液(3.8)搅匀, 放置 0.5 h, 用中速定量滤纸过滤。滤液用 250 mL 容量瓶承接。先用热盐酸(3.4)洗涤沉淀至无铁离子〔用硫氰酸钾溶液(3.9)检查〕, 继续用温水洗涤至无氯离子〔用硝酸银溶液(3.10)检查〕。

6.4.3 将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中, 小心干燥, 灰化后放入高温炉中, 在 980℃灼烧 1 h, 取出, 置于干燥器中, 冷却至室温, 称重, 反复灼烧至恒重( $m_1$ )。沿坩埚内壁加 3~5 滴水润湿沉淀, 加 4 滴硫酸(3.6), 5 mL 氢氟酸(3.5)。低温蒸发至冒白烟, 取下稍冷, 再加 5 mL 氢氟酸(3.5), 继续加热至冒尽白烟, 将残渣连同坩埚置于 1 000℃高温炉中灼烧 15 min, 取出, 置于干燥器中, 冷却至室温, 称重, 并反复灼烧至恒重( $m_2$ )。

6.4.4 将分离硅酸后的滤液(6.4.2)用水稀释至刻度, 摇匀。分取 10.00 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 加 1 滴对硝基酚指示剂溶液(3.13), 用氨水(3.7)中和至黄色, 再滴加盐酸(3.3)至黄色消失并过量 8 mL。

6.4.5 加水 25 mL, 加 4 mL 钼酸铵溶液(3.11), 摇匀后放置 20 min, 加 20 mL 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合还原液(3.12), 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 5 min。

6.4.6 将部分试液移入 2 cm 吸收皿中, 于分光光度计 700 nm 波长处, 以随同试料的空白溶液为参比, 测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的硅量。

注: 室温低于 15℃时, 加钼酸铵后放置 30 min; 高于 25℃时则放置 10 min。

### 6.5 工作曲线的绘制

分取 0.00, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00 mL 二氧化硅标准溶液(3.14.2)分别置于一组 100 mL 容量瓶

## 前 言

本标准按 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元: 标准的起草与表述规则 第 1 部分: 标准编写的基本规定》和 GB/T 1.4—1988《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》的有关规定编写。

本标准参照原 GB/T 3257.2—1982, 对分析方法作如下修改: 由 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸-亚硫酸钠-亚硫酸氢钠混合液还原法改为硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合溶液还原法。

本标准自生效之日起, 同时代替 GB/T 3257.2—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所, 郑州轻金属研究院负责起草。

本标准起草单位: 山西铝厂。

本标准主要起草人: 黄安平、贺誉清、李德生。