



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.6—2010  
代替 GB/T 18114.6—2000

GB/T 18114.6—2010

## 稀土精矿化学分析方法 第6部分：二氧化硅量的测定

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—  
Part 6: Determination of silicon oxide content

中华人民共和国  
国家标准  
稀土精矿化学分析方法  
第6部分：二氧化硅量的测定  
GB/T 18114.6—2010

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](http://www.spc.net.cn)

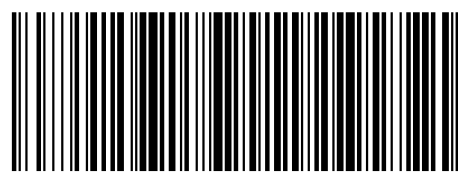
电话：68523946 68517548

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 12 千字  
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

书号：155066·1-42507 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 18114.6—2010

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

## 前 言

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化镨、氧化钽量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 6 部分。

本部分是对 GB/T 18114.6—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化硅量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.6—2000 相比，主要有如下变动：

- 由采用重量法调整为采用钼蓝分光光度法及电感耦合等离子体发射光谱法；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

两个方法的分析范围出现重叠时，以方法 1 为仲裁方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 1 由赣州有色冶金研究所、广东珠江稀土有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：王安丽、郝茜

本部分方法 1 参加起草人：黎英、刘鸿、梁志杰、邓汉芹。

本部分方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由赣州有色冶金研究所、广东珠江稀土有限公司参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：李玉梅、刘晓杰。

本部分方法 2 参加起草人：黎英、刘鸿、宋耀、邓汉芹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18114.6—2000。

## 13 仪器

- 13.1 电感耦合等离子体光谱仪,分辨率<0.006 nm(200 nm处)。  
13.2 光源:氩等离子体光源。

## 14 试样

- 14.1 试样的粒度应研磨至通过0.074 mm筛。  
14.2 试样经105℃~110℃干燥2h,置于干燥器中冷却至室温。

## 15 分析步骤

## 15.1 试料

称取0.2g试样(14),精确至0.0001g。

## 15.2 测定次数

称取两份试料(15.1)进行平行测定,取其平均值。

## 15.3 空白试验

随同试料(15.1)做空白试验。

## 15.4 分析试液的制备

15.4.1 将试料(15.1)置于30mL镍坩埚(盛有2.5g氢氧化钠(12.1)预先已加热除去水分)中,覆盖1.5g过氧化钠(12.2),于电炉上加热除去水分,摇动坩埚使试样散开,盖好坩埚盖,置于750℃马弗炉中熔融至樱红并保持5min~10min(中间取出摇动一次),取出稍冷。将坩埚置于预先盛有75mL水和25mL盐酸(12.4)的400mL烧杯中加热浸取。待剧烈作用停止后,用水洗净并取出坩埚及坩埚盖。将溶液煮沸2min,稍冷,转移至200mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

15.4.2 分取5.00mL试液(15.4.1)于100mL容量瓶中,加入4mL盐酸(12.5),用水稀释至刻度,混匀。

## 15.5 系列标准溶液的配制

准确分取0mL、0.50mL、2.50mL、5.00mL硅标准贮存溶液(12.6)于50mL塑料容量瓶中,加入3mL盐酸(12.5),用水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液质量浓度为0μg/mL、0.50μg/mL、2.50μg/mL、5.00μg/mL。

## 15.6 测定

15.6.1 分析线波长见表3。

表3

测定元素	硅	
波长/nm	251.611	288.158

15.6.2 按仪器选定工作条件依次测定系列标准溶液(15.5)、空白试液(15.3)、分析试液(15.4.2),由计算机输出空白试液(15.3)和分析试液(15.4.2)中被测元素的质量浓度。

## 16 分析结果的计算与表述

按式(2)计算二氧化硅的质量分数(%):

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(\rho - \rho_0)V_2V_4 \times 10^{-6}}{m_2V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\rho$ ——计算机输出的分析试液(15.4.2)中二氧化硅的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

## 稀土精矿化学分析方法

### 第6部分:二氧化硅量的测定

## 1 范围

GB/T 18114的本部分规定了稀土精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中二氧化硅含量的测定。方法1测定范围:0.10%~6.00%;方法2测定范围:1.00%~10.00%。

#### 方法1 钼蓝分光光度法

## 2 方法原理

试料以氢氧化钠-过氧化钠熔融,在一定酸度和乙醇存在下,使硅酸和钼酸铵生成硅钼黄杂多酸,在草酸硫酸混和酸存在下,用亚铁还原硅钼黄杂多酸成硅钼蓝杂多酸,在波长785nm处测定。

## 3 试剂和材料

- 3.1 氢氧化钠,优级纯。  
3.2 过氧化钠,优级纯。  
3.3 无水碳酸钠,优级纯。  
3.4 盐酸( $\rho$ 1.19g/mL),优级纯。  
3.5 盐酸(1+3)。  
3.6 氨水(1+4),优级纯。  
3.7 乙醇(95%)。  
3.8 钼酸铵溶液50g/L。  
3.9 草酸硫酸混和酸溶液:在不断搅拌下,于965mL水中缓慢加入35mL硫酸( $\rho$ 1.84g/mL)与15g草酸(优级纯)混匀。  
3.10 硫酸亚铁铵溶液(6%):6g硫酸亚铁铵溶于100mL的硫酸介质(5%)。  
3.11 对硝基酚指示剂溶液:1%。  
3.12 硅标准贮存溶液:称取0.1000g二氧化硅(纯度>99.9%,120℃烘干2h),置于铂坩埚中,加入5g无水碳酸钠(3.3),于950℃~1000℃中熔融至红色透明。稍冷后用热水浸出,冷却。移入1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即转移至聚乙烯瓶中保存,此溶液1mL含100μg二氧化硅。  
3.13 硅标准溶液:移取20.00mL硅标准贮存溶液(3.12)置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含20μg二氧化硅,立即转移至聚乙烯瓶中保存。

## 4 仪器

722型分光光度计。

## 5 试样

- 5.1 试样的粒度应研磨至通过0.074mm筛。