

### 高钛渣、金红石化学分析方法 第 4 部分：二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—  
Part 4: Determination of silicon dioxide content—  
Gravimetric analysis and molybdenum blue spectrophotometry

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
高钛渣、金红石化学分析方法  
第 4 部分：二氧化硅量的测定  
称量法、钼蓝分光光度法  
YS/T 514.4—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](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 11 千字  
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

\*  
书号：155066·2-20583 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



YS/T 514.4—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频红外吸收法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：磷量的测定 钼钼蓝分光光度法；
- 第 9 部分：氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 514.7—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 重量法测定二氧化硅量》。

本部分与 YS/T 514.7—2006 相比，主要变化如下：

- 增加了钼蓝分光光度法；
- 增加了重复性限和质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人：何雄杰、樊勇、赵金凯、喻生洁、庄军、马玉萍。

本部分测量范围重叠时，方法 1 为仲裁分析方法。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4102.7—1983；
- YS/T 514.7—2006。

### 13 分析步骤

#### 13.1 试料

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

#### 13.2 测定次数

做 2 份试料的平行测定,取其平均值。

#### 13.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 13.4 测定

13.4.1 于 30 mL 镍坩锅中加入 4 g 氢氧化钠(11.1),放入 400 °C 的马弗炉中除去水分,冷却后,放入试料(13.1)。加入 0.5 g~1 g 过氧化钠(11.2)覆盖于试料的表面,将坩锅置于 750 °C~800 °C 的马弗炉中熔融 8 min~10 min,取下冷却。

13.4.2 用水冲洗净镍坩锅外壁。将镍坩锅放入 250 mL 塑料杯中用热水浸取并洗净坩锅;加入 2 mL~3 mL 乙醇,在水浴上加热,使盐类完全溶解。冷至室温,转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,倒入原杯中,干过滤。

13.4.3 移取 2.00 mL 滤液(13.4.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 1~2 滴酚酞,用硫酸(11.3)调至红色恰好消失。

13.4.4 加入 1 mL 盐酸(11.4),用水稀释至约 60 mL,加 10 mL 钼酸铵溶液(11.5),混匀。放置 15 min,加入 15 mL 硫酸(11.3),待白色沉淀完全溶解后,加入 5 mL 还原剂溶液(11.6),以水稀释至刻度,混匀,放置 5 min。

13.4.5 将部分溶液(13.4.3)移入 1 cm~3 cm 比色皿中,以试料空白为参比,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度。

#### 13.5 工作曲线的绘制

13.5.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 二氧化硅标准溶液(11.8),置于一组 100 mL 容量瓶中,加入(1~2)滴酚酞,用硫酸(11.3)调至红色恰好消失,以下步骤按照 13.4.4 进行。

13.5.2 将部分溶液移入 1 cm~3 cm 比色皿中,于分光光度计波长 810 nm 处,以零浓度标准溶液为参比,测量其吸光度。以二氧化硅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

### 14 分析结果的计算

二氧化硅的含量以二氧化硅的质量分数  $w_{\text{SiO}_2}$  计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的二氧化硅量,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_0$ ——溶液总体积;单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

### 15 精密度

#### 15.1 重复性

在重复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重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%。重复性限( $r$ )按表 3 数据采用线性内插法求得:

## 高钛渣、金红石化学分析方法 第 4 部分:二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法

### 方法 1 称量法

#### 1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中二氧化硅量的测定方法。

本部分适用于高钛渣、金红石中二氧化硅量的测定。测定范围:1.00%~10.00%。

#### 2 方法提要

试料以碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融,用稀酸浸取,加热使硅酸脱水,经过滤洗涤后于 1 000 °C 将沉淀灼烧成二氧化硅。然后用氢氟酸处理,使硅以四氟化硅形式挥发除去。以氢氟酸处理前后的质量差,计算二氧化硅的百分含量。

#### 3 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。

3.1 碳酸钠-过氧化钠混合熔剂:将 3 份无水碳酸钠与 2 份过氧化钠混匀。

3.2 氢氟酸( $\rho$  约 1.15 g/mL)。

3.3 硝酸( $\rho$  约 1.42 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸(1+5)。

3.7 过氧化氢(1+9)。

3.8 硫氰酸铵溶液(50 g/L)。

3.9 洗涤液:移取 45 mL 硫酸( $\rho$  约 1.84 g/mL)缓缓加入 950 mL 水中,混匀。冷却后加入 5 mL 过氧化氢(3.7),混匀。

#### 4 试样

4.1 试样粒度应不大于 90  $\mu\text{m}$ 。

4.2 试样需预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g。

##### 5.2 测定次数

做 3 份试料的平行测定,取其平均值。

##### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。