

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3数据采用线性内插法求得。

表3 再现性限

$w_{\text{SiO}_2}/\%$	5.10	11.94	19.87	25.74	38.49
$R/\%$	0.21	0.28	0.36	0.42	0.55

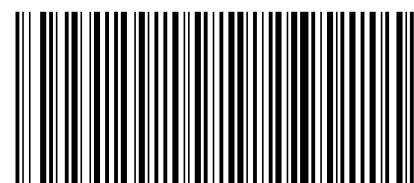
9 试验报告

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的内容:

- 试样;
- 使用的标准 YS/T 820.8—2012;
- 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。

红土镍矿化学分析方法 第8部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of laterite nickel ores—
Part 8: Determination of silica content—
Potassium silicofluoride titrimetric method



YS/T 820.8—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24289

定价: 14.00 元

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业 标准
红土镍矿化学分析方法
第 8 部分：二氧化硅量的测定
氟硅酸钾滴定法
YS/T 820.8—2012

*
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(100013)
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 0.5 字数 9 千字
2013 年 1 月第一版 2013 年 1 月第一次印刷

*
书号：155066·2-24289 定价 14.00 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

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩锅中,加入 4 g 氢氧化钾(4.1),于电热板上加热驱除水分,盖上坩锅盖并留一小缝隙,移入 650 °C 高温炉中熔融 10 min~15 min。取出,冷却至室温,置于 250 mL 聚乙烯烧杯中,用沸水少量多次浸出熔块,再用盐酸(4.5)洗出坩锅,控制体积不超过 50 mL。在不断搅拌下,迅速加入 20 mL 盐酸(4.3),搅拌至溶液清亮。

6.4.2 加入 10 mL 硝酸(4.4),将烧杯置于冷水浴中放置至室温,加入 3 g 氯化钾(4.2)和少许滤纸浆,充分搅拌。在搅拌下缓慢加入 10 mL 氟化钾溶液(4.6),继续搅拌 1 min~2 min,放置 15 min 左右。

6.4.3 用置有脱脂棉及滤纸浆的塑料漏斗(预先用饱和氯化钾-乙醇洗液(4.7)冲洗 2~3 次)过滤,用饱和氯化钾-乙醇洗液(4.7)吹洗聚乙烯烧杯,将沉淀完全转移到漏斗中,洗至沉淀无酸反应。

注：无酸反应指取洗涤沉淀的滤液 3 mL~4 mL,加 1 滴指示剂溶液(4.9),滴加氢氧化钠标准滴定溶液(4.11) 1 滴,呈亮蓝紫色,表示已洗净。

6.4.4 将沉淀连同脱脂棉一并置于聚乙烯烧杯中,滴加 6 滴指示剂溶液(4.9),加入 150 mL 沸腾的中性水(4.8),搅匀,立即用氢氧化钠标准滴定溶液(4.11)滴定至稳定的亮蓝紫色。

7 分析结果的计算

二氧化硅量以质量分数 w_{SiO_2} 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{SiO_2} = \frac{c \times 15.021 \times (V_3 - V_2) \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V_3 —— 滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V_2 —— 空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - m_1 —— 试料的质量,单位为克(g);
 - A —— 按照 YS/T 820.24—2012 测得的湿存水量的质量分数;
 - 15.021 —— 二氧化硅的摩尔质量, $M(1/4SiO_2)$,单位为克每摩尔(g/mol);
- 计算结果保留小数点后两位。

8 精密度

8.1 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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

$w_{SiO_2} \%$	5.10	11.94	19.87	25.74	38.49
$r/\%$	0.19	0.25	0.32	0.37	0.47

8.2 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

4.11.1 配制

移取 100 mL 氢氧化钠贮存溶液(4.10),以无二氧化碳的水稀释至 1 000 mL,混匀,贮存于附有苏打石棉管的下口瓶中。

4.11.2 标定

称取 0.50 g(精确至 0.000 1 g)基准邻苯二甲酸氢钾[KHC₈H₄O₄](经 105 °C~110 °C 干燥至恒重),置于烘干的 250 mL 三角瓶中,加入 100 mL 无二氧化碳的热水使之溶解,冷却后,滴加 4 滴酚酞指示剂(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.11)滴定至粉红色,并保持 30 s 不退色。同时做空白试验。平行标定三份,所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.11)体积的极差不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度:

$$c = \frac{m_0 \times 10^3}{(V_1 - V_0) \times 204.229} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - m₀ —— 称取邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);
 - V₁ —— 滴定邻苯二甲酸氢钾溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V₀ —— 滴定空白试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - 204.229 —— 邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, M(C₈H₅KO₄),单位为克每摩尔(g/mol)。
- 计算结果表示到小数点后四位。

5 试样

5.1 试样

试样粒度应小于 160 μm。

5.2 湿存水量的测定

在分析试样的同时,按照 YS/T 820.24—2012 规定测定湿存水量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

二氧化硅的质量分数/%	试料称取量/g
5.00~15.00	0.20
>15.00~45.00	0.10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料作空白试验。

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YS/T 820—2012《红土镍矿化学分析方法》分为 26 个部分:

- 第 1 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:镍量的测定 丁二酮肟分光光度法;
- 第 3 部分:全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法;
- 第 9 部分:钨、镉量的测定 电感耦合等离子体-质谱法;
- 第 10 部分:钙、钴、铜、镁、锰、镍、磷和锌量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;
- 第 11 部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第 12 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法;
- 第 17 部分:砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 18 部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 19 部分:铝、铬、铁、镁、锰、镍和硅量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法;
- 第 20 部分:铝量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 21 部分:铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第 22 部分:镁量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 23 部分:钴、铁、镍、磷、氧化铝、氧化钙、氧化铬、氧化镁、氧化锰、二氧化硅和二氧化钛量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法;
- 第 24 部分:湿存水量的测定 重量法;
- 第 25 部分:化合水量的测定 重量法;
- 第 26 部分:灼烧减量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 820—2012 的第 8 部分。

本部分为仲裁分析方法。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准由北京矿冶研究总院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局、金川集团有限公司负责起草。

本部分起草单位:河南纳士科技股份有限公司、西北有色金属研究院。

本部分参与起草单位:广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院、紫金矿业集团股份有限公司、广西银亿矿冶科技有限公司。

本部分主要起草人:张俊芳、孙慧娜、孙宝莲、李明漪、宋克兴、周恺、戴凤英、谢辉、高颖剑、张园、王亚秦、崔安芳。