



中华人民共和国国家标准

GB/T 1509—2006
代替 GB/T 1509—1979

锰矿石 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法

Manganese ores—Determination of silicon content—
Perchloric acid dehydration gravimetric method

(ISO 5890-1981, MOD)

2006-09-12 发布

2007-02-01 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

本标准修改采用国际标准 ISO 5890:1981(E)《锰矿石和锰精矿—硅含量的测定—重量法》。

本标准与 ISO 5890:1981 比较,其主要变化如下:

- 本标准适用于不含氟的锰矿石和锰精矿中硅含量的测定;
- 试料分解时本标准不加高氯酸;
- 残渣熔融及沉淀灼烧温度由 1 000℃~1 100℃修改为 950℃~1 000℃;
- 沉淀洗涤增加了用硫氰酸铵溶液检验步骤。

本标准代替 GB/T 1509—1979《锰矿石中二氧化硅量的测定》。

本标准与 GB/T 1509—1979 比较,其主要变化如下:

- 酸不溶残渣用无水碳酸钠熔融,免去了除硼步骤;
- 对测定允许差进行了修改。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:桂林矿产地质研究院。

本标准主要起草人:靳晓珠、杨仲平、李赋屏、黄华鸾、陈祝炳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1509—1979。

锰矿石 硅含量的测定

高氯酸脱水重量法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用高氯酸脱水重量法测定硅含量。

本标准适用于不含氟的锰矿石和锰精矿中硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.50%~20.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2011 散装锰矿石取样、制样方法(GB/T 2011—1987, neq ISO 3081:1983)

GB/T 14949.8 锰矿石化学分析方法 湿存水量的测定(GB/T 14949.8—1994, eqv ISO 310:1981)

3 原理

试料用盐酸、硝酸分解,过滤,残渣用碳酸钠熔融,浸出液与主液合并,加高氯酸使硅酸脱水,将沉淀灼烧、称量,然后用氢氟酸挥散除硅,灼烧、称量,由氢氟酸处理前后的质量差计算硅含量。

4 试剂和材料

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与其纯度相当的水。

- 4.1 无水碳酸钠。
- 4.2 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。
- 4.3 盐酸, 1+4。
- 4.4 盐酸, 1+9。
- 4.5 硝酸, $\rho=1.40$ g/mL。
- 4.6 硫酸, 1+1。
- 4.7 高氯酸, $\rho=1.67$ g/mL。
- 4.8 氢氟酸, $\rho=1.15$ g/mL。
- 4.9 过氧化氢, $\rho=1.11$ g/cm³。
- 4.10 硫氰酸铵溶液, 50 g/L。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器及设备。

6 取制样

按照 GB/T 2011 规定进行取制样,试样应通过 0.080 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取风干试料,精确至 0.000 1 g。

同时按 GB/T 14949.8 测定湿存水含量。

表 1

| 硅含量(质量分数)/% | 试料量/g |
|--------------|-------|
| 0.50~2.00 | 2.0 |
| >2.00~10.00 | 1.0 |
| >10.00~20.00 | 0.5 |

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

将试料(7.1)置于 250 mL~300 mL 烧杯中,用少量水润湿试料,盖上表面皿,加入 15 mL~30 mL 盐酸(4.2),缓慢加热分解,加入 2 mL~3 mL 硝酸(4.5),加热至不再有氮氧化物产生,加入 30 mL~40 mL 热水,滴加 2 滴~3 滴过氧化氢(4.9)将高价锰还原为低价,加热煮沸 2 min~3 min,用加有少许纸浆的中速定量滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒将烧杯中的残渣转至滤纸上,用热盐酸(4.4)洗涤烧杯和残渣 4 次~6 次,热水洗涤 3 次~4 次,收集滤液及洗液于 500 mL 烧杯中留作主液。

7.3.2 残渣的处理

将残渣连同滤纸转入铂坩埚中,低温加热干燥、炭化,置于 700℃~750℃ 马弗炉中灰化,取出,冷却。加入 3 g 无水碳酸钠(4.1),混匀,再覆盖 1 g 无水碳酸钠(4.1)。将铂坩埚置于 950℃~1 000℃ 马弗炉中熔融 10 min~15 min,呈均匀的熔体,取出,冷却。

将铂坩埚置于原溶样用的烧杯中,加入 50 mL 热盐酸(4.3),加热溶解熔融物,用水洗净铂坩埚并取出,将浸取液与主液合并。

7.3.3 硅的分离

加入 30 mL 高氯酸(4.7)于 7.3.2 所得溶液中,加热蒸发至开始冒高氯酸白烟,盖上表面皿,继续加热至高氯酸浓烟回流 15 min~20 min。取下,溶液冷却后,加入 40 mL~50 mL 热水、2 滴~3 滴过氧化氢(4.9),加入 5 mL 盐酸(4.2),加热溶解可溶性盐类至溶液清亮,立即用加有少许纸浆的中速定量滤纸过滤,用带有橡皮头的玻璃棒将烧杯中的硅沉淀物转至滤纸上。

先用冷水洗涤烧杯和沉淀 2 次~3 次,再用热盐酸(4.4)洗涤至无铁离子[以硫氰酸铵溶液(4.10)检验],最后用冷水洗涤 2 次~3 次。对硅含量(质量分数)在 10%以下的样品,弃去滤液和洗液。对硅含量(质量分数)在 10%以上的样品,在滤液中加入 20 mL 高氯酸(4.7),重复蒸发冒烟、过滤、洗涤,所得沉淀按操作步骤 7.3.4 处理。

7.3.4 硅沉淀的处理

将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,低温加热干燥、炭化,置于 700℃~750℃ 马弗炉中灰化,然后,将温度升至 950℃~1 000℃,并灼烧至恒量,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称取坩埚连同沉淀的质量(m_1)。

将铂坩埚中的沉淀用几滴水润湿,加入 5 滴硫酸(4.6)、5 mL~10 mL 氢氟酸(4.8),置于电炉上缓慢蒸发至硅和硫酸挥发完全。将含有残渣的铂坩埚置于 950℃~1 000℃ 马弗炉中灼烧至恒量。取出,置于干燥器中,冷却至室温,称取坩埚连同残渣的质量(m_2)。

8 结果计算

按式(1)计算试样中硅含量(质量分数) w_{Si} :

$$w_{\text{Si}}(\%) = \frac{0.4674 \times [(m_1 - m_2) - (m_{01} - m_{02})]}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \quad \dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——铂坩埚连同硅沉淀的质量,单位为克(g);
- m_2 ——铂坩埚连同残渣的质量,单位为克(g);
- m_{01} ——空白试验中铂坩埚连同硅沉淀的质量,单位为克(g);
- m_{02} ——空白试验中铂坩埚连同残渣的质量,单位为克(g);
- m ——试料量,单位为克(g);
- A ——试样中湿存水含量(质量分数);

0.4674—— SiO_2 换算为 Si 的系数。

注:若以 SiO_2 形式表示硅含量,则将结果乘以换算系数 2.139。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

%

| 硅含量(质量分数) | 允许差 |
|--------------|------|
| 0.50~1.00 | 0.07 |
| >1.00~2.00 | 0.10 |
| >2.00~5.00 | 0.15 |
| >5.00~10.00 | 0.20 |
| >10.00~20.00 | 0.30 |

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锰矿石 硅含量的测定
高氯酸脱水重量法
GB/T 1509—2006

*

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.bzcbs.com

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 0.5 字数 7 千字

2007年1月第一版 2007年1月第一次印刷

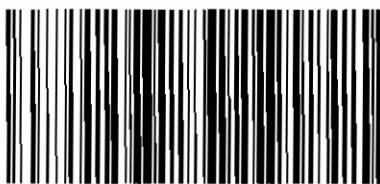
*

书号:155066·1-27695 定价 8.00 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 1509-2006