**行 业 标 准**

**《铋精矿化学分析方法**

**第3部分：二氧化硅含量的测定**

**硅钼蓝分光光度法和重量法》**

**编制说明**

**（预审稿）**

**广东省科学院工业分析检测中心**

**二〇二三年六月**

**《铋精矿化学分析方法**

**第3部分：二氧化硅含量的测定**

**硅钼蓝分光光度法和重量法》编制说明**

一、工作简况

（一）任务来源

根据2022年7月14日工业和信息化部办公厅发布的《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函[2022]158号）的要求有色金属行业标准《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由广东省科学院工业分析检测中心负责起草，项目计划编号为2022-0818T-YS，项目周期为18个月，完成时间为2023年12月。

（二）项目背景

中国铋的储量居世界第一位，储量大概为24万吨，约占世界的75%。中国是世界最大的铋生产国， 2016年中国铋产量为7400吨，约占世界产量的73%，2018年产量超过14000吨，国内消费量大约为6166吨。铋几乎没有单独的铋矿床产出，铋的矿物大都与钨、钼、铅、锡、铜等金属矿物共生，在与其它金属选冶过程中可分离出铋精矿。

铋精矿属于重要的有色金属基础原料，其配套分析方法实施10余年以来，对促进铋精矿的贸易发展和铋冶炼行业的不断发展壮大发挥了积极作用。

二氧化硅含量是铋精矿中较重要的技术指标，直接关乎铋精矿品级的评定。铋精矿中二氧化硅的分析方法有YS/T 240.3-2007《铋精矿化学分析方法 二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法》。其中硅钼蓝分光光度法，使用了易制毒的丙酮试剂，方法中对低温放置时间较长，原方法先酸化再定量加入一定的硫酸显色，显色pH值不易控制，因此很有必要修订一种绿色环保，易于掌握，准确度高，能很好的满足企业与检测机构的日常检测要求的方法。

（三）主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

1．本标准起草单位及其分工

根据2022年7月29日，全国有色金属标准化技术委员会《关于召开《铝产品用粉末涂料》等83项轻、稀有、粉末冶金标准工作会议的通知》（有色标委[2022]116号），全国有色金属标准化技术委员会于2022年8月25日在湖北省宜昌市召开了《铋精矿化学分析方法第1部分：铋含量的测定Na2EDTA滴定法》等11项行业标准任务落实会议。会议确定了该11项标准的起草单位和验证单位，明确了样品的制备单位以及各项工作时间进度要求。

会议确定广东省科学院工业分析检测中心负责《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法》的预研和起草工作。计划完成时间为2023年12月，并同时确定参与起草单位、部分样品提供单位和时间节点。其中，广东省科学院工业分析检测中心主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等工作；湖南柿竹园有色金属有限责任公司、水口山有色金属有限责任公司、广东先导稀材股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、赣州有色冶金研究所负责制备和提供满足试验要求的统一样品；一验单位，主要负责对试验方案中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议；二验单位，主要负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。本标准项各单位分工情况见表1-1。

表 1-1《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定

钼蓝分光光度法和重量法》任务分工落实情况

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **项目计划编号** | **项目计划名称** | **起草单位** | **第一验证单位** | **第二验证单位** |
| 工信厅科函[2022]158号2022-0818T-YS | 铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法 | 广东省科学院工业分析检测中心 | 北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司 | 大冶有色设计研究院有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、绍兴市质量技术监督检测院、广西分析测试研究中心、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司 |

本标准主编单位广东省科学院工业分析检测中心是我国南方从事金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测、欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测与咨询、评价以及分析测试技术研究的专业机构。先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015年12月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立事业法人单位。中心是一个检测设备配套齐全、检测技术完备、人员结构合理、管理科学的检测机构。中心现有高、中、初级专业技术和管理人员约100余人，其中教授有14人，高级工程师27人，硕博士20人，具有中级职称以上科技人员占60%。拥有电子探针、透射电镜、X-射线衍射仪、X-射线荧光光谱仪、等离子质谱仪、等离子发射光谱仪、离子色谱仪、原子吸收光谱仪、大型光栅光谱仪、紫外可见分光光度计、氮氧测定仪、碳硫测定仪、光电直读光谱仪、扫描电镜、粒度分析仪、万能拉力试验机、疲劳试验机、摩擦磨损试验机、硬度计等仪器设备。近十年来获得省部级科技进步奖20项。累计申请专利15件，其中授权发明专利5件、授权实用新型专利2件。承担国家、省级各类项目50余项，主持和参与国家、行业标准300余项，发表专著5部，发表论文300余篇。赣研所公司先后承担各类科研项目2300多项，取得科研成果1200余项，其中获国家发明奖6项，国家科技进步奖13项，省部级科技奖励300多项；授权专利77件，其中，发明专利21件；主持和参与制（修）订钨、稀土、钽铌等有色金属矿及其制品和分析检测方法国家标准105项，行业标准40项；利用自主创新成果和技术优势，实现了成果技术转移转化应用，先后创办或控股、参股公司6家。现有总资产3.79亿元，净资产2.95亿元。（记得更新）

2.本标准起草人员及其工作职责

本标准主要起草人有：XXXXX

各起草人在本标准编制过程中的工作职责见表1-2所示：

表1-2 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| **起草人** | **工作职责** |
|  | 全面负责方法的起草，各阶段工作协调，标准文本、编制说明的编写，试剂材料准备，以及项目组织协调。 |
|  | 完成方法的实验，研究报告的撰写、数据处理，意见汇总、沟通联络。 |
|  | 人协助完成统一样品制备，标准文本修改，组织协调。 |
|  | 作为一验，对方法的条件实验进行了验证，并完成精密度数据。 |
|  | 作为二验，提供了方法的精密度数据。 |

（四）主要工作过程

广东省科学院工业分析检测中心联合各参编单位，组织骨干技术人员成立项目编制组，制定研究技术路线和实施方案，并组织开展该项目的试验研究与验证工作。主要工作过程经历如下阶段：

1.立项阶段

2020年10月，广东省科学院工业分析检测中心向全国有色金属标准化技术委员会提交了《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法》标准制订的项目建议书、标准草案和立项报告等材料，经全体委员论证同意立项。随后由秘书处组织全体委员网络投票，投票通过后转报给工业和信息化部科技司，并挂网向社会公开征求意见。

2022年7月14日，工业和信息化部办公厅发布了《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函[2022]158号），正式下达该标准的制订任务，标准名称为《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法》，项目计划编号为 2022-0818T-YS，项目周期为 18个月，完成年限为 2023 年 12 月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

2.起草阶段

2.1任务落实

根据2022年7月29日，全国有色金属标准化技术委员会《关于召开《铝产品用粉末涂料》等83项轻、稀有、粉末冶金标准工作会议的通知》（有色标委[2022]116号），全国有色金属标准化技术委员会于2022年8月25日在湖北省宜昌市召开了《铋精矿化学分析方法第1部分：铋含量的测定Na2EDTA滴定法》等11项行业标准任务落实会议。会议确定了该11项标准的起草单位和验证单位，明确了样品的制备单位以及各项工作时间进度要求。

来自北矿检测技术有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、水口山有色金属有限责任公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、金川集团股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、紫金铜业有限公司、广西冶金产品质量检验站、湖南有色金属研究院有限责任公司等30多家单位的40余位代表参加了现场会议。

会议确定广东省科学院工业分析检测中心负责《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法》的预研和起草工作。项目计划编号：工信厅科函[2022]158号2022-0818T-YS，计划完成时间为2023年12月，并同时确定参与起草单位、部分样品提供单位和时间节点。明确了所采用的分析方法及其测定范围；同时确定了样品制备单位、进度安排等事项。

2.2样品收集及试验研究

2022年9月至2023年4月，负责起草单位广东省科学院工业分析检测中心委托湖南柿竹园有色金属有限责任公司、水口山有色金属有限责任公司、广东先导稀材股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、赣州有色冶金研究所负责制备和提供满足试验要求的统一样品；同时组织骨干技术人员成立项目编制组，制定研究技术路线和实施方案，并组织开展该项目的试验研究与验证工作。并于4月底完成所有试验工作。

2.3试验验证

2023年5月-7月主编单位将标准文本和研究报告随同试验样品首先发送给编制组内的5 家一验单位，组织开展方法的条件试验、精密度试验和正确度试验的验证工作；主编单位根据一验单位反馈的意见和建议，优化试验步骤，并在6月间将修改完善后的标准文本和研究报告随同试验样品发送给编制组内8家二验单位，进一步开展方法精密度的试验验证工作。2023年7月主编单位陆续收集到9家验证单位返回的验证报告。主编单位汇总全部的精密度试验数据进行统计和分析，采纳各家验证报告中提出的合理性的意见和建议，优化试验步骤，修改完善标准文本和编制说明，形成征求意见稿。

3. 征求意见阶段

编制组通过发函、全国有色金属标准化技术委员会将《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法》征求意见资料在中国有色金属标准质量信息网 (www.cnsmq.com) 上挂网，向社会公开征求意见。征求意见的单位包括主要生产、经销、 使用、科研、第三方检验机构等单位及大专院校，征求意见单位广泛且具有代表性。

3.1标准预审会

2023年7月25日-28日全国有色金属标准化技术委员会重金属分标委在浙江省宁波市组织召开了《铋精矿化学分析方法》系列标准的预审会。

二、标准编制原则

（一）符合性

本标准严格按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计和分析，以及重复性限和再现性限的计算。

（二）适用性和先进性

本标准在充分调研国内外铋精矿相关产品标准及行业内铋精矿分析检测实际需求的基础上，明确了待测元素的测定范围、测定方法、试验操作等技术内容，并开展了方法的精密度试验和正确度试验，建立了更加绿色环保的铋精矿中二氧化硅含量测定的统一的技术规范，完善了铋精矿的标准体系，同时又体现了行业内对铋精矿化学成分分析的技术水平，满足行业内的检测需求，具有先进性、可操作性和适用性。

三、标准主要内容、确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准的主要内容、确定的依据

本标准是对YS/T 240.3-2007《铋精矿化学分析方法二氧化硅含量含量的测定硅钼蓝分光光度法和重量法》的修订起草，在充分调研国内外铋精矿相关产品标准及行业内铋精矿分析检测实际需求的基 础上，对原标准的测定方法、试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充， 进一步规范了铋精矿中二氧化硅含量的分析方法，同时又体现了行业内对铋精矿化学成分分析 的技术水平，具有先进性、可操作性和广泛的适用性。主要修订内容如下：

方法一 硅钼蓝分光光度法，1.使用了易制毒的丙酮试剂，本文件去掉丙酮试剂；2.方法中对低温放置时间较长，本文件采用加入无水乙醇的方式，借用无水乙醇水合放热反应提高显色液温度，缩短了试验时间也使显色更完全；3.原方法先酸化再定量加入一定的硫酸显色，显色pH值不易控制，本文件采用加入对硝基酚溶液来调酸度，使显色酸度更易控制，方法适用更合理。

方法一确定的方法原理为：含量范围0.50%～20.00 %，拟采用方法：硅钼蓝分光光度法。

试料用氢氧化钠熔融，用硫酸浸取，在pH1.0～pH1.5酸性介质中硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸，加入草酸消除磷、砷等元素的干扰，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原为硅钼蓝，于分光光度计波长660 nm处测量其吸光度。

二氧化硅 含量范围（%）: >20.0~40.0，拟采用方法：重量法（此次修订保留，只作文字性修定）。

试样经氢氧化钠熔融，使硅转化成硅酸盐，用盐酸酸化，以高氯酸两次冒烟使硅酸脱水。经过滤洗涤后，将沉淀于950～1000℃灼烧至恒量，加氢氟酸使硅成四氟化硅挥发除去，再于750～800℃灼烧至恒量，由氢氟酸处理前后的质量差，计算硅的百分含量。

（二）主要试验和验证情况分析

1.硅钼蓝分光光度法

1.1 样品溶解方式的确定

矿物中二氧化硅的测定常用的熔剂有碳酸钠、碳酸钾、氢氧化钠、氢氧化钾、过氧化钠、碳酸钠-过氧化钠、氢氧化钠-过氧化钠等。由于碳酸盐熔点高，一般需900 ℃方能使硅矿物熔解，过氧化钠分解效率较高，但仅使用此试剂时对坩埚腐蚀性较大，因此常采用氢氧化钠-过氧化钠（4

称取GDF1和GDF3试样0.25 g按试验方法进行，分别加入5 g氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钠-过氧化钠（4：1）、碳酸钠-过氧化钠移入相应温度的高温炉中按照分析方法进行。结果见表3-1。

表3-1 样品溶解熔剂试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 熔剂 | 5 g氢氧化钠 | 5 g氢氧化钾 | 5 g氢氧化钠-过氧化钠（4：1） | 5 g碳酸钠-过氧化钠（2：3） |
| GDF1 | 750 ℃暗红后约26 min试料熔解完全 | 750℃暗红后约28 min试料熔解完全 | 750 ℃暗红后约10 min试料熔解完全 | 900 ℃暗红后约8 min试料熔解完全 |
| GDF3 | 750 ℃暗红后约20 min试料熔解完全 | 750℃暗红后约22 min试料熔解完全 | 750 ℃暗红后约10 min试料熔解完全 | 900 ℃暗红后约8 min试料熔解完全 |

从表3-1可以看出上述熔剂在一定时间均可将试料分解完全，氢氧化钾是片状不好与试料混匀，碳酸钠-过氧化钠（2：3）、氢氧化钠-过氧化钠（4：1）对坩埚有一定的腐蚀，使镍进入测试液，产生一定空白，综合考虑采用5g氢氧化钠暗红后20 min～30 min熔解试料。

一验单位北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明冶金研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验结论与主编单位一致。

1.2 高锰酸钾溶液加入量的确定

滴加高锰酸钾溶液氧化使硅酸离子全部转化成正硅酸离子，高锰酸钾溶液加入量不够，氧化不完全硅酸离子不能全部转化成正硅酸离子，会使测试结果偏低，分别称取GDF3 试样0.1250 g，加入不同体积的高锰酸钾溶液（50 g/L），以下按分析方法进行。结果见表3-2。

表3-2 高锰酸钾溶液加入量试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 高锰酸钾溶液过量体积V/mL | 0.5 | 1 | 1.5 | 2 | 3 |
| Si质量分数% | 10.11 | 10.25 | 10.40 | 10.37 | 10.42 |

由表3-2可知，试验加入高锰酸钾溶液（50 g/L）至生成二氧化锰沉淀后过量2 mL。

一验单位北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明冶金研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验结论与主编单位一致。

1.3 测定波长的选择

在钼蓝分光光度法测定硅时波长大多采用650 nm～810 nm。用200.00 ug二氧化硅进行显色，在400 nm到810 nm波长处进行扫描。在这个范围中随着波长的增加吸光度值也在增加。由于本方法测定上限较高，结合文献综合考虑本方法选择660 nm为测定波长。

1.4 显色条件的选择

在200.00 ug二氧化硅中分别加入不同量的硫酸（1+9），以下按分析方法进行，结果见表3-3。

分别移取500 ug二氧化硅标准溶液，以下按分析方法进行，分别加入不同量的钼酸铵溶液（60 g/L），进行测定。结果见表3-4。

在200.00 ug二氧化硅中加入加入1滴对硝基苯酚溶液（1 g/L），用氨水（1+1）和硫酸（1+9）调至溶液黄色恰好褪去，加2mL硫酸（1+9）、加8 mL无水乙醇、5 mL钼酸铵溶液（60 g/L），放置不同的时间；以下按分析方法进行测定。结果见表3-5。

分别移取500 ug二氧化硅标准溶液，以下按分析方法进行，分别加入不同量的硫酸亚铁铵溶液（60 g/L），按拟定试验方法进行测定。结果见表3-6。

分别移取200.00μg二氧化硅于100 mL容量瓶中，加入20 mL水，1滴对硝基苯酚溶液（1 g/L），以下按分析方法进行，显色后放置不同时间测定溶液吸光度，结果见表3-7。

表3-3 H2SO4(1+9)用量试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| H2SO4(1+9)加入体积/mL | 1.0 | 1.5 | 2.0 | 2.5 | 3.0 |
| 吸光度 | 0.260 | 0.279 | 0.285 | 0.277 | 0.257 |

表3-4 钼酸铵用量试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钼酸铵溶液体积 V/mL | 2 | 3 | 5 | 8 | 10 |
| 吸光度 | 0.683 | 0.703 | 0.707 | 0.698 | 0.677 |

表3-5 加入钼酸铵溶液后放置时间试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 加入钼酸铵溶液后放置时间 t/min | | | |
| 5 | 10 | 20 | 30 |
| 吸光度 | 0.261 | 0.284 | 0.287 | 0.285 |

表3-6 还原剂用量试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫酸亚铁铵溶液体积 V/mL | 1 | 3 | 5 | 10 |
| 吸光度 | 0.658 | 0.697 | 0.701 | 0.697 |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 加入还原剂后放置时间 t/min | 5 | 10 | 20 | 30 | 40 |
| 吸光度 | 0.281 | 0.284 | 0.286 | 0.284 | 0.285 |

表3-7 加入还原剂后放置时间试验

从表3-3可以看出，加入2mL硫酸（1+9）结果最佳。

从表3-4可以看出，加入5 mL以上钼酸铵溶液，显色完全，综合考虑本方法选择5 mL。

从表3-5可以看出，加入钼酸铵溶液后放置10 min后，显色均完全。综合考虑本方法选择15 min。

从表3-6可以看出，加入5mL以上硫酸亚铁铵溶液，还原均完全。综合考虑本方法选择5mL。

从表3-7可以看出，加入还原剂后放置10 min以上，结果均可。综合考虑本方法选择放置40 min后进行比色测定。

一验单位北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明冶金研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验结论与主编单位一致。

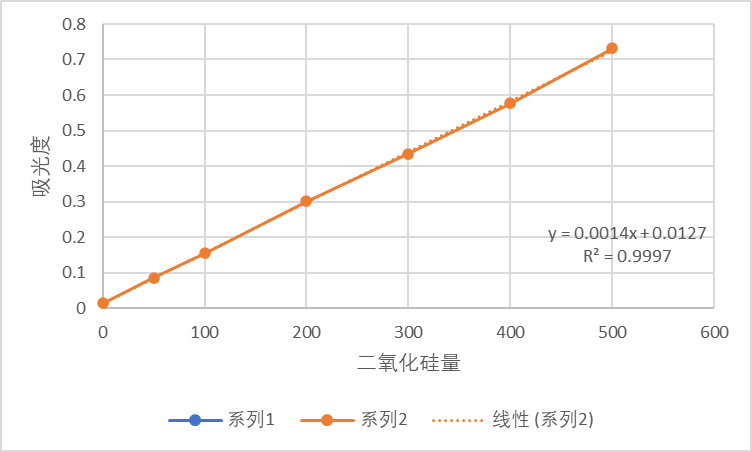
1.5 标准曲线的绘制

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、二氧化硅标准溶液（100 ug/mL）于一组100 mL容量瓶中，加20 mL水，按实验操作方法进行标准曲线的绘制，曲线的相关系数大于0.999，能满足分析测定的需要，见表3-8和图3-1。

表3-8 标准曲线标准与吸光值的关系

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 移取二氧化硅量/μg | 0 | 50.00 | 100.00 | 200.00 | 300.00 | 400.00 | 500.00 |
| 吸光值 | 0.013 | 0.086 | 0.154 | 0.301 | 0.434 | 0.577 | 0.731 |
| 相关系数：0.9999 波长660 nm 1 cm 比色皿 | | | | | | | |

图3-1 标准曲线标准与吸光值的关系



一验单位北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明冶金研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验结论与主编单位一致。

1.6 铋元素干扰实验

按照实验方法，在一组100 mL烧杯中，加入200.00 ug二氧化硅，分别加入不同量的共存元素铋，进行元素干扰试验，铋的干扰试验见表3-9。

表3-9 铋的干扰试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铋元素加入量mg | 0 | 1 | 1.5 | 3 |
| 吸光度 | 0.281 | 0.278 | 0.281 | 0.284 |

试验结果表明：显色溶液中3mg以下的铋不干扰二氧化硅的测定。

一验单位北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明冶金研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验结论与主编单位一致。

1.7溶液中共存离子的影响

在自然界中铋精矿除主体元素铋、铅外，还共存有钨、铁、铜和少量锡、钼、锌、锑、磷、砷等元素，铅、钨已经大部分分离，根据这些离子在溶液中的含量，在200.0 ug二氧化硅中加入5 mg Mn，2 mg Fe，2 mg Bi，1 mg Ca，100 ug的钨，铅，锡、钼、铜、铅、锌、锑，20 ug的磷、砷，按照分析方法进行测定，结果显示对测定没有影响。

一验单位北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明冶金研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验结论与主编单位一致。

1.8 精密度

1.8.1主编单位的精密度实验

按照分析方法对4个试样独立进行11次试验，测定其结果见表3-10。

表3-10 精密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | | |
| GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 1 | 0.88 | 5.34 | 10.45 | 17.76 |
| 2 | 0.89 | 5.38 | 10.42 | 17.54 |
| 3 | 0.85 | 5.32 | 10.37 | 17.70 |
| 4 | 0.88 | 5.32 | 10.43 | 17.80 |
| 5 | 0.90 | 5.42 | 10.25 | 17.65 |
| 6 | 0.86 | 5.29 | 10.40 | 17.59 |
| 7 | 0.84 | 5.34 | 10.29 | 17.66 |
| 8 | 0.87 | 5.26 | 10.33 | 17.72 |
| 9 | 0.89 | 5.42 | 10.38 | 17.61 |
| 10 | 0.88 | 5.27 | 10.42 | 17.58 |
| 11 | 0.86 | 5.32 | 10.34 | 17.50 |
| 平均值/% | 0.87 | 5.33 | 10.37 | 17.65 |
| 标准偏差（SD） | 0.019 | 0.054 | 0.063 | 0.094 |
| RSD/% | 2.19 | 1.02 | 0.61 | 0.54 |

试验结果表明本方法不同水平11次分析数据无异常值，方法重复性好。

1.8.2各验证单位的精密度实验

验证单位按照既定的试验步骤开展精密度试验，结果见表 3-11～表 3-18 所示。

3-11湖南柿竹园有色金属有限责任公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 11  次  测  定  值  （%） | 0.85 | 5.27 | 10.38 | 17.50 |
| 0.87 | 5.33 | 10.36 | 17.49 |
| 0.88 | 5.34 | 10.25 | 17.72 |
| 0.90 | 5.36 | 10.37 | 17.65 |
| 0.83 | 5.28 | 10.41 | 17.68 |
| 0.84 | 5.34 | 10.42 | 17.69 |
| 0.87 | 5.36 | 10.29 | 17.65 |
| 0.88 | 5.29 | 10.26 | 17.68 |
| 0.89 | 5.31 | 10.28 | 17.55 |
| 0.85 | 5.32 | 10.39 | 17.58 |
| 0.89 | 5.36 | 10.35 | 17.64 |
| 平均值（%） | 0.87 | 5.32 | 10.34 | 17.62 |
| 标准偏差 | 0.0227 | 0.0326 | 0.0611 | 0.0788 |
| RSD（%） | 2.62 | 0.61 | 0.59 | 0.45 |

3-12昆明冶金研究院有限公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | | |
| GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 1 | 0.86 | 5.37 | 10.55 | 17.8 |
| 2 | 0.87 | 5.33 | 10.5 | 17.69 |
| 3 | 0.89 | 5.3 | 10.42 | 17.77 |
| 4 | 0.86 | 5.42 | 10.45 | 17.73 |
| 5 | 0.87 | 5.38 | 10.4 | 17.55 |
| 6 | 0.84 | 5.4 | 10.26 | 17.66 |
| 7 | 0.85 | 5.3 | 10.44 | 17.75 |
| 8 | 0.85 | 5.29 | 10.41 | 17.53 |
| 9 | 0.87 | 5.35 | 10.27 | 17.78 |
| 10 | 0.86 | 5.4 | 10.33 | 17.54 |
| 11 | 0.89 | 5.37 | 10.29 | 17.77 |
| 平均值/% | 0.86 | 5.36 | 10.39 | 17.69 |
| 标准偏差（SD） | 0.016 | 0.045 | 0.095 | 0.103 |
| RSD/% | 1.86 | 0.84 | 0.91 | 0.58 |

3-13大冶有色设计研究院有限公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2的质量分数w/% | | | |
| GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 1 | 0.85 | 5.14 | 10.34 | 17.85 |
| 2 | 0.86 | 5.16 | 10.11 | 17.75 |
| 3 | 0.88 | 5.28 | 10.22 | 17.60 |
| 4 | 0.87 | 5.23 | 10.43 | 17.47 |
| 5 | 0.84 | 5.16 | 10.26 | 17.78 |
| 6 | 0.83 | 5.13 | 10.54 | 17.80 |
| 7 | 0.89 | 5.19 | 10.29 | 17.56 |
| 8 | 0.80 | 5.22 | 10.11 | 17.48 |
| 9 | 0.82 | 5.21 | 10.12 | 17.46 |
| 10 | 0.85 | 5.25 | 10.30 | 17.52 |
| 11 | 0.86 | 5.30 | 10.25 | 17.50 |
| 平均值/% | 0.85 | 5.21 | 10.27 | 17.62 |
| 标准偏差SD | 0.026 | 0.056 | 0.13 | 0.15 |
| RSD/% | 3.11 | 1.08 | 1.31 | 0.85 |

3-14中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2的质量分数w/% | | | |
| GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 1 | 0.92 | 5.46 | 10.32 | 17.5 |
| 2 | 0.91 | 5.35 | 10.29 | 17.54 |
| 3 | 0.9 | 5.42 | 10.35 | 17.51 |
| 4 | 0.91 | 5.32 | 10.29 | 17.53 |
| 5 | 0.9 | 5.46 | 10.36 | 17.56 |
| 6 | 0.89 | 5.43 | 10.35 | 17.54 |
| 7 | 0.93 | 5.31 | 10.44 | 17.53 |
| 8 | 0.92 | 5.35 | 10.43 | 17.62 |
| 9 | 0.89 | 5.35 | 10.27 | 17.61 |
| 10 | 0.92 | 5.32 | 10.32 | 17.62 |
| 11 | 0.92 | 5.38 | 10.3 | 17.64 |
| 平均值/% | 0.91 | 5.38 | 10.34 | 17.56 |
| 标准偏差SD | 0.013 | 0.056 | 0.056 | 0.050 |
| RSD/% | 1.47 | 1.05 | 0.54 | 0.28 |

3-15广西壮族自治区分析测试研究中心

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | | |
| GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 1 | 0.87 | 5.30 | 10.41 | 17.68 |
| 2 | 0.84 | 5.31 | 10.35 | 17.53 |
| 3 | 0.85 | 5.27 | 10.39 | 17.59 |
| 4 | 0.83 | 5.37 | 10.28 | 17.67 |
| 5 | 0.85 | 5.32 | 10.32 | 17.51 |
| 6 | 0.84 | 5.35 | 10.34 | 17.60 |
| 7 | 0.83 | 5.29 | 10.29 | 17.55 |
| 8 | 0.85 | 5.28 | 10.31 | 17.58 |
| 9 | 0.84 | 5.33 | 10.30 | 17.62 |
| 10 | 0.83 | 5.30 | 10.25 | 17.60 |
| 11 | 0.82 | 5.25 | 10.26 | 17.55 |
| 平均值/% | 0.84 | 5.31 | 10.32 | 17.59 |
| 标准偏差（SD） | 0.014 | 0.035 | 0.051 | 0.054 |
| RSD/% | 1.67 | 0.66 | 0.49 | 0.31 |

3-16中国有色桂林矿产地质研究院有限公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **编号** | **GDF1** | **GDF2** | **GDF3** | **GDF4** |
| **1** | 0.89 | 5.36 | 10.41 | 17.72 |
| **2** | 0.87 | 5.39 | 10.45 | 17.48 |
| **3** | 0.88 | 5.38 | 10.38 | 17.68 |
| **4** | 0.90 | 5.45 | 10.36 | 17.70 |
| **5** | 0.89 | 5.39 | 10.24 | 17.68 |
| **6** | 0.85 | 5.32 | 10.38 | 17.62 |
| **7** | 0.86 | 5.36 | 10.31 | 17.58 |
| **8** | 0.88 | 5.39 | 10.25 | 17.70 |
| **9** | 0.89 | 5.29 | 10.40 | 17.65 |
| **10** | 0.87 | 5.38 | 10.42 | 17.61 |
| **11** | 0.89 | 5.34 | 10.36 | 17.52 |
| **平均值/%** | 0.88 | 5.37 | 10.36 | 17.63 |
| **SD/%** | 0.015 | 0.042 | 0.068 | 0.078 |
| **RSD/%** | 1.70 | 0.78 | 0.65 | 0.44 |

3-17中国检验认证集团广西有限公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| SiO2 n=11 | 0.89 | 5.27 | 10.29 | 17.74 |
| 0.88 | 5.40 | 10.17 | 17.45 |
| 0.89 | 5.38 | 10.18 | 17.53 |
| 0.85 | 5.27 | 10.32 | 17.62 |
| 0.87 | 5.37 | 10.09 | 15.42 |
| 0.86 | 5.25 | 10.11 | 16.93 |
| 0.88 | 5.33 | 10.35 | 16.20 |
| 0.87 | 5.29 | 10.27 | 17.54 |
| 0.85 | 5.36 | 10.33 | 15.92 |
| 0.86 | 5.28 | 10.22 | 17.64 |
| 0.88 | 5.32 | 10.19 | 17.71 |
| 平均值(g/t) | 0.87 | 5.32 | 10.23 | 17.06 |
| RSD% | 1.66 | 0.97 | 0.87 | 4.86 |

# 3-18国合通用（青岛）测试评价有限公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | | |
| GDF1 | GDF2 | GDF3 | GDF4 |
| 1 | 0.83 | 5.32 | 10.32 | 17.51 |
| 2 | 0.84 | 5.24 | 10.41 | 17.63 |
| 3 | 0.87 | 5.36 | 10.26 | 17.75 |
| 4 | 0.83 | 5.29 | 10.27 | 17.52 |
| 5 | 0.87 | 5.37 | 10.42 | 17.65 |
| 6 | 0.83 | 5.29 | 10.28 | 17.71 |
| 7 | 0.85 | 5.24 | 10.22 | 17.60 |
| 8 | 0.88 | 5.25 | 10.23 | 17.74 |
| 9 | 0.85 | 5.41 | 10.19 | 17.52 |
| 10 | 0.84 | 5.31 | 10.40 | 17.58 |
| 11 | 0.83 | 5.25 | 10.34 | 17.52 |
| 平均值/% | 0.85 | 5.30 | 10.30 | 17.61 |
| 标准偏差（SD） | 0.018 | 0.058 | 0.080 | 0.092 |
| RSD/% | 2.18 | 1.09 | 0.78 | 0.52 |

1.9 加标回收率

主编单位分别称取GDF3样品0.1250 g（精确至0.000 1 g），用0.01 mg天平准确称取加入适量的基准二氧化硅，按分析方法进行操作，测定的结果见表3-19。

表3-19 回收率

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 试 样  编 号 | 试料中二氧化硅的量  /mg | 加入量  /mg | 测得总量  /mg | 回收率  /% |
| GDF3 | 12.96 | 5 | 17.91 | 99.00 |
| 5 | 17.98 | 100.40 |
| 10 | 22.98 | 100.20 |
| 10 | 22.87 | 99.10 |

从表3-19中可以看出回收率在98%-102%之间，满足测定的要求。

1.10 结论

由以上实验结果可以看出，利用硅钼蓝分光光度法测定铋精矿中二氧化硅含量（质量分数）：0.50%～20.00 %是可行的。样品测定的相对标准偏差为0.54 %～2.19%之间，样品加标回收率为98%-102%。本方法结果准确度高、精密度好，满足铋精矿分析要求。

2 重量法

本次修订没有对本方法进行关键技术性修订，测定范围（质量分数）：＞20.00%～40.00%。。因此只重新考察了方法的精密度。

2.1精密度数据

主编单位精密度数据见下表3-20。

表3-20 精密度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | |
| ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 21.01 | 29.89 | 38.11 |
| 2 | 21.22 | 29.98 | 37.96 |
| 3 | 21.31 | 29.90 | 37.97 |
| 4 | 20.96 | 29.85 | 37.92 |
| 5 | 21.17 | 29.67 | 38.22 |
| 6 | 21.14 | 29.87 | 37.86 |
| 7 | 21.08 | 29.71 | 37.94 |
| 8 | 21.10 | 29.43 | 37.79 |
| 9 | 21.03 | 29.84 | 37.83 |
| 10 | 20.84 | 29.86 | 37.80 |
| 11 | 21.05 | 29.51 | 37.68 |
| 平均值/% | 21.08 | 29.77 | 37.92 |
| 标准偏差（SD） | 0.13 | 0.18 | 0.16 |
| RSD/% | 0.62 | 0.61 | 0.43 |

其他验证单位精密度验证数据见表3-21到表3-29。

3-21湖南柿竹园有色金属有限责任公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | |
| ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 20.98 | 29.96 | 37.96 |
| 2 | 21.12 | 29.81 | 37.85 |
| 3 | 21.08 | 29.78 | 37.76 |
| 4 | 21.16 | 29.65 | 37.68 |
| 5 | 21.03 | 29.66 | 37.96 |
| 6 | 21.09 | 29.78 | 38.02 |
| 7 | 20.86 | 29.90 | 38.01 |
| 8 | 21.22 | 29.71 | 38.10 |
| 9 | 21.22 | 29.69 | 37.78 |
| 10 | 20.90 | 29.76 | 37.86 |
| 11 | 21.22 | 29.52 | 37.62 |
| 平均值/% | 21.08 | 29.74 | 37.87 |
| 标准偏差（SD） | 0.1266 | 0.1217 | 0.1517 |
| RSD/% | 0.60 | 0.41 | 0.40 |

3-22昆明冶金研究院有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | |
| ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 21.16 | 29.95 | 38.00 |
| 2 | 21.27 | 29.80 | 37.81 |
| 3 | 21.31 | 29.88 | 37.88 |
| 4 | 21.06 | 29.78 | 38.34 |
| 5 | 21.08 | 29.90 | 37.77 |
| 6 | 21.23 | 29.48 | 38.27 |
| 7 | 21.20 | 29.73 | 38.20 |
| 8 | 20.88 | 30.02 | 38.03 |
| 9 | 20.98 | 29.83 | 37.80 |
| 10 | 21.20 | 29.45 | 38.18 |
| 11 | 20.84 | 29.71 | 38.14 |
| 平均值/% | 21.11 | 29.78 | 38.04 |
| 标准偏差（SD） | 0.156 | 0.179 | 0.202 |
| RSD/% | 0.74 | 0.6 | 0.53 |

3-23大冶有色设计研究院有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 质量分数/%(n=11) | 20.272 | 28.751 | 37.751 |
| 19.933 | 28.774 | 37.694 |
| 19.871 | 28.981 | 37.812 |
| 19.723 | 29.122 | 37.693 |
| 20.321 | 28.731 | 37.821 |
| 19.715 | 28.832 | 37.714 |
| 19.744 | 29.033 | 37.664 |
| 20.164 | 28.851 | 37.623 |
| 19.832 | 29.132 | 37.554 |
| 20.073 | 29.224 | 37.703 |
| 19.98 | 29.083 | 38.191 |
| 平均值/% | 19.97 | 28.96 | 37.75 |
| RSD/% | 1.09 | 0.60 | 0.44 |

3-24中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | |
| ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 21.02 | 29.62 | 37.65 |
| 2 | 21.08 | 29.67 | 37.72 |
| 3 | 21.03 | 29.68 | 37.79 |
| 4 | 20.9 | 29.82 | 37.71 |
| 5 | 21.09 | 29.72 | 37.82 |
| 6 | 21.06 | 29.78 | 37.81 |
| 7 | 20.95 | 29.64 | 37.79 |
| 8 | 20.94 | 29.72 | 37.81 |
| 9 | 21.15 | 29.78 | 37.89 |
| 10 | 20.97 | 29.69 | 37.85 |
| 11 | 20.92 | 29.72 | 37.81 |
| 平均值/% | 21.01 | 29.71 | 37.79 |
| 标准偏差（SD） | 0.08 | 0.062 | 0.068 |
| RSD/% | 0.38 | 0.21 | 0.18 |

3-25广西壮族自治区分析测试研究中心

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | |
| ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 20.77 | 29.72 | 37.76 |
| 2 | 20.85 | 29.52 | 37.91 |
| 3 | 20.92 | 29.82 | 37.77 |
| 4 | 20.72 | 29.63 | 37.68 |
| 5 | 21.13 | 29.65 | 37.83 |
| 6 | 20.75 | 29.77 | 38.03 |
| 7 | 20.84 | 29.67 | 37.72 |
| 8 | 21.08 | 29.53 | 37.93 |
| 9 | 20.87 | 29.68 | 37.85 |
| 10 | 20.92 | 29.50 | 37.70 |
| 11 | 20.97 | 29.56 | 37.62 |
| 平均值/% | 20.89 | 29.64 | 37.80 |
| 标准偏差（SD） | 0.13 | 0.105 | 0.123 |
| RSD/% | 0.62 | 0.35 | 0.33 |

3-26长沙矿冶院检测技术有限责任公司

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平数 | ZLF1# | ZLF2# | ZLF3# |
| SiO2 | 1 | 21.10 | 29.53 | 37.86 |
| 2 | 21.04 | 29.55 | 37.81 |
| 3 | 21.09 | 29.49 | 37.89 |
| 4 | 21.12 | 29.56 | 37.70 |
| 5 | 21.05 | 29.53 | 37.86 |
| 6 | 21.10 | 29.40 | 37.95 |
| 7 | 21.15 | 29.60 | 37.90 |
| 8 | 21.03 | 29.65 | 37.80 |
| 9 | 21.04 | 29.55 | 37.89 |
| 10 | 21.11 | 29.45 | 37.79 |
| 11 | 21.16 | 29.50 | 37.95 |
| 平均值 | 21.09 | 29.53 | 37.85 |
| SD | 0.0429 | 0.0652 | 0.0713 |
| RSD | 0.2034 | 0.2208 | 0.1884 |

3-27中国有色桂林矿产地质研究院有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 编号 | ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 21.15 | 29.90 | 37.89 |
| 2 | 20.98 | 30.00 | 37.98 |
| 3 | 21.25 | 29.95 | 38.32 |
| 4 | 21.28 | 29.84 | 37.89 |
| 5 | 21.19 | 29.63 | 38.05 |
| 6 | 21.18 | 29.89 | 37.98 |
| 7 | 20.89 | 29.76 | 37.89 |
| 8 | 21.25 | 29.60 | 37.85 |
| 9 | 21.36 | 29.75 | 37.86 |
| 10 | 21.00 | 29.90 | 37.86 |
| 11 | 21.14 | 29.65 | 37.78 |
| 平均值/% | 21.15 | 29.81 | 37.94 |
| SD/% | 0.14 | 0.14 | 0.15 |
| RSD/% | 0.66 | 0.47 | 0.40 |

3-28中国检验认证集团广西有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| SiO2n=11 | 21.24 | 29.58 | 37.95 |
| 21.04 | 29.68 | 38.09 |
| 21.00 | 29.59 | 37.84 |
| 21.12 | 29.74 | 37.82 |
| 21.05 | 29.83 | 37.99 |
| 21.21 | 29.65 | 37.91 |
| 21.11 | 29.87 | 37.85 |
| 21.07 | 29.77 | 38.03 |
| 21.15 | 29.91 | 37.86 |
| 20.96 | 29.78 | 38.02 |
| 21.13 | 29.83 | 37.94 |
| 平均值(g/t) | 21.10 | 29.75 | 37.94 |
| RSD% | 0.40 | 0.37 | 0.23 |

3-29国合通用（青岛）测试评价有限公司

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | SiO2质量分数 w/% | | |
| ZLF1 | ZLF2 | ZLF3 |
| 1 | 21.02 | 29.69 | 37.95 |
| 2 | 20.93 | 29.58 | 37.88 |
| 3 | 20.87 | 29.81 | 37.79 |
| 4 | 20.85 | 29.75 | 37.67 |
| 5 | 21.07 | 29.82 | 37.99 |
| 6 | 21.11 | 29.55 | 37.66 |
| 7 | 20.88 | 29.43 | 37.71 |
| 8 | 21.11 | 29.63 | 37.88 |
| 9 | 20.85 | 29.87 | 37.84 |
| 10 | 20.94 | 29.75 | 37.98 |
| 11 | 21.01 | 29.59 | 37.73 |
| 平均值/% | 20.97 | 29.68 | 37.83 |
| 标准偏差（SD） | 0.10 | 0.14 | 0.12 |
| RSD/% | 0.48 | 0.46 | 0.32 |

2.3 结论

由以上实验结果可以看出，重量法测定铋精矿中二氧化硅含量（质量分数）：＞20.00 %～40.00 %是可行的。本方法结果准确度高、精密度好，满足铋精矿分析要求。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性

中国铋的储量居世界第一位，储量大概为24万吨，约占世界的75%。中国是世界最大的铋生产国， 2016年中国铋产量为7400吨，约占世界产量的73%，2018年产量超过14000吨，国内消费量大约为6166吨。铋几乎没有单独的铋矿床产出，铋的矿物大都与钨、钼、铅、锡、铜等金属矿物共生，在与其它金属选冶过程中可分离出铋精矿。

铋精矿属于重要的有色金属基础原料，其配套分析方法实施10余年以来，对促进铋精矿的贸易发展和铋冶炼行业的不断发展壮大发挥了积极作用。二氧化硅含量是铋精矿中较重要的技术指标，直接关乎铋精矿品级的评定。

本项目符合《装备制造业标准化和质量提升规划（2016-2020年）》提出的实施工业基础标准化和质量提升工程的要求，研制有色金属基础原材料标准。

（二）项目的可行性

铋精矿原YS/T 240.3-2007《铋精矿化学分析方法二氧化硅含量含量的测定硅钼蓝分光光度法和重量法》中方法一 硅钼蓝分光光度法，1.使用了易制毒的丙酮试剂，本文件去掉丙酮试剂，2.方法中对低温放置时间较长，本文件采用加入无水乙醇的方式，借用无水乙醇水合放热反应提高显色液温度，缩短了试验时间也使显色更完全，3.原方法先酸化再定量加入一定的硫酸显色，显色pH值不易控制，本文件采用加入对硝基酚溶液来调酸度，使显色酸度更易控制，方法适用更合理。

本标准确定的方法原理为：含量范围0.50%～20.00 %，拟采用方法：硅钼蓝分光光度法。

主编单位通过大量的条件实验确定了试料用氢氧化钠熔融，用硫酸浸取，在pH1.0～pH1.5酸性介质中硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸，加入草酸消除磷、砷等元素的干扰，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原为硅钼蓝，于分光光度计波长660 nm处测量其吸光度。方法采用常用试剂，绿色环保，易于掌握，准确度高，能很好的满足企业与检测机构的日常检测要求。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的社会效益和经济效益

本标准是在在大量的市场调研与交流的基础上，通过大量试验研究和验证而建立的。方法采用常用试剂，绿色环保，易于掌握，准确度高，能很好的满足企业与检测机构的日常检测要求。本标准的测定范围覆盖了目前行业内常规生产和应用的铋精矿中二氧化硅元素的含量水平，规定了统一的测定方法和分析步骤，并且给出了该标准方法的精密度水平，具有较高的适用性、先进性和可操作性，为行业内开展铋精矿中二氧化硅含量的测定提供了一个统一、可靠的标尺，对于提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性，消除供应商和客户之间因分析差异造成的纠纷起到了重要的支撑作用，也有助于进一步推动铋精矿产业的高质量发展，增强铋精矿及其下游产品在相关领域的应用，势必将产生巨大的社会效益和经济效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，未发现相同类型的国际标准和国外先进标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准和强制性国家标准无冲突。本标准与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

本标准为方法标准，不是通用性的安全规范或标准，仅是在涉及到的内容上引用相关的安全规范或标准作为本标准的规定，不属安全性标准。根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议向铋精矿产品研发、生产、销售、检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

十一、废止现行相关标准的建议

建议废止YS/T240.8-2007《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定硅钼蓝分光光度法和重量法》。

十二、其他应予说明的事项

无。

《铋精矿化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定》

广东省科学院工业分析检测中心

2023年7月15日