

ICS 71.040.40
CCS H 30

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 575.2-202X
代替YS/T 575.2-2007、YS/T 575.3-2007

铝土矿石化学分析方法 第2部分：二氧化硅含量的测定

Methods for chemical analysis of bauxite-
Part 2: Determination of silicon dioxide contents
(送审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 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》的规定起草。

本文件是 YS/T 575 的第2部分。YS/T 575 已经发布了以下部分：

- 第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定；
- 第4部分：三氧化二铁含量的测定；
- 第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度；
- 第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法；
- 第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法；
- 第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法；
- 第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法；
- 第17部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法；
- 第18部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法；
- 第19部分：灼减量的测定 重量法；
- 第20部分：预先干燥试样的制备；
- 第21部分：有机碳含量的测定 滴定法；
- 第22部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第23部分：元素含量的测定 X 射线荧光光谱法；
- 第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法；
- 第25部分：硫含量的测定 库伦滴定法；
- 第26部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法；
- 第27部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第28部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第29部分：有效氧化铝和可反应硅的测定；

本文件代替 YS/T 575.2-2007《铝土矿石化学分析方法 第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法》和 YS/T 575.3-2007《铝土矿石化学分析方法 第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法》，与 YS/T 575.2-2007 和 YS/T 575.3-2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了元素的测量范围（见第1章，2007年版的 YS/T 575.2 的第1章和 YS/T 575.3 的第1章）；
- b) 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- c) 增加了“术语和定义”（见第3章）；
- d) 增加了钼酸铵溶液的配制步骤（见4.2.4和5.2.13，2007年版的 YS/T 575.3 的3.5和2007年版的 YS/T 575.2 的3.12）；

YS/T 575.2-20XX

- e) 更改了硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合溶液的保存期限（见4.2.5和5.2.16，2007年版的YS/T 575.3的3.6和2007年版的YS/T 575.2的3.13）；
- f) 增加了“也可使用有证标准溶液”（见4.2.8和5.2.17，2007年版的YS/T 575.3的3.7和2007年版的YS/T 575.2的3.15）；
- g) 更改了钼蓝光度法中试样称取质量（见4.5.1，2007年版的YS/T 575.3的6.1）；
- h) 更改了样品熔融时高温炉的升温过程（见4.5.4.1和5.5.4.1，2007年版的YS/T 575.3的6.4.1和2007年版的YS/T 575.2的6.4.1）；
- i) 更改了钼蓝光度法中洗涤坩埚的盐酸浓度（4.5.4.2，2007年版的YS/T 575.3的6.4.2）；
- j) 更改了钼蓝光度法中移取试液的体积（见4.5.4.2，2007年版的YS/T 575.3的6.4.2）；
- k) 更改了钼蓝光度法中试液补加盐酸浓度和体积（见4.5.4.2，2007年版的YS/T 575.3的6.4.2）；
- l) 更改了钼蓝光度法的测定波长，由700 nm改为650 nm（见4.5.4.5，2007年版的YS/T 575.3的6.4.3）；
- m) 增加了钼蓝光度法和重量-钼蓝光度法中酒石酸-抗坏血酸还原剂的使用（见4.5.4.3和5.5.4.5）；
- n) 更改了钼蓝光度法中工作曲线溶液补加盐酸的体积（见4.5.5.1，2007年版的YS/T 575.3的6.5）；
- o) 增加了重量-钼蓝光度法中溶样过程中聚四氟乙烯烧杯的使用（见5.5.4.2，2007年版的YS/T 575.2的6.4.2）；
- p) 增加了重量-钼蓝光度法中工作曲线溶液的浓度点（见5.5.5.1，2007年版的YS/T 575.2的6.5）；
- q) 删除了重量-钼蓝光度法中工作曲线标准溶液配制时对硝基酚指示剂溶液的使用（见5.5.5.1，2007年版的YS/T 575.2的6.5）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件负责起草单位：XXX、XXX、XXX

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2006年首次发布为YS/T 575.2-2006，2007年第一次修订为YS/T 575.2-2007；

——本次为第二次修订，本次修订并入YS/T575.3-2007。

引 言

铝土矿石是铝工业的重要原材料，在铝工业领域标准体系中，铝土矿石化学分析方法标准体系是其中非常重要的部分，在判断铝土矿石产品质量方面发挥着重要作用。该系列标准服务铝土矿石的贸易和应用，为我国铝工业的高质量发展提供技术支撑。

YS/T 575 为铝土矿石化学分析方法，包括铝土矿中的铝、硅、铁、钛、钾、钠、钙、镁、锰、铬、钒、锌、稀土氧化物总量、镓、磷、硫、碳、灼减、有机碳、湿存水、元素含量的测定、锂、有效氧化铝和可反应硅的测定，按照检测对象，拟分为 27 个部分。

- 第 1 部分：氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法。目的在于给出采用 EDTA 滴定法测定铝土矿中氧化铝含量的方法。
- 第 2 部分：二氧化硅含量的测定。目的在于给出采用钼蓝光度法和重量-钼蓝光度法测定铝土矿中二氧化硅含量的方法。
- 第 4 部分：三氧化二铁含量的测定。目的在于给出采用邻二氮杂菲分光光度法和重铬酸钾滴定法测定铝土矿中三氧化二铁含量的方法。
- 第 6 部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法。目的在于给出采用二安替吡啉甲烷光度法测定铝土矿中二氧化钛含量的方法。
- 第 7 部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化钙含量的方法。
- 第 8 部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化镁含量的方法。
- 第 9 部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化钾、氧化钠含量的方法。
- 第 10 部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化锰含量的方法。
- 第 11 部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中三氧化二铬含量的方法。
- 第 12 部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法。目的在于给出采用苯甲酰苯胺光度法测定铝土矿中五氧化二钒含量的方法。
- 第 13 部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中锌含量的方法。
- 第 14 部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法。目的在于给出采用三溴偶氮胂光度法测定铝土矿中稀土氧化物总量的方法。
- 第 15 部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法。目的在于给出采用罗丹明 B 萃取光度法测定铝土矿中三氧化二镓含量的方法。
- 第 16 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法。目的在于给出采用钼蓝光度法测定铝土矿中五氧化二磷含量的方法。
- 第 17 部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法。目的在于给出采用燃烧-碘量法测定铝土矿中硫含量的方法。
- 第 18 部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法。目的在于给出采用燃烧-非水滴定法测定铝土矿中总碳含量的方法。
- 第 19 部分：灼减量的测定 重量法。目的在于给出采用重量法测定铝土矿灼烧量的方

法。

- 第 20 部分：预先干燥试样的制备。目的在于给出铝土矿预先干燥试样制备的方法和步骤。
- 第 21 部分：有机碳含量的测定。目的在于给出采用滴定法和红外吸收法测定铝土矿中有机碳含量的方法。
- 第 22 部分：湿存水含量的测定 重量法。目的在于给出采用重量法测定铝土矿中湿存水含量的方法。
- 第 23 部分：元素含量的测定 X 射线荧光光谱法。目的在于给出采用 X 射线荧光光谱法测定铝土矿中三氧化二铝、二氧化硅、全铁（以 Fe_2O_3 表示）、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、五氧化二磷、氧化锰、硫、钒、镓和锌含量的方法。
- 第 24 部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法。目的在于给出采用红外吸收法测定铝土矿中碳和硫含量的方法。
- 第 25 部分：硫含量的测定 库伦滴定法。目的在于给出采用库伦滴定法测定铝土矿中硫含量的方法。
- 第 26 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。目的在于给出采用硫酸钡重量测定铝土矿中硫酸根含量的方法。
- 第 27 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于给出采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝土矿中二氧化硅、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、氧化锂、五氧化二钒、三氧化二铁、氧化锰、氧化镓和氧化锌含量的方法。
- 第 28 部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定铝土矿中氧化锂含量的方法。
- 第 29 部分：有效氧化铝和可反应硅的测定。目的在于给出测定铝土矿中有效氧化铝和可反应硅的方法。

YS/T 575. 2 为铝土矿石中二氧化硅含量的测定。本次修订整合了 YS/T 575. 2-2007 和 YS/T 575. 3-2007 两个部分，通过整合，使标准体系更简洁、更易用；并对原有钼蓝光度法的测量范围进行了科学性调整，使其能更好地满足当前铝土矿市场的多样化检测需求；增加了酒石酸-抗坏血酸还原体系的使用，提升了标准的适应性和先进性，以满足更广泛的行业需求。修订后的方法为铝工业生产过程中的质量控制提供了更为可靠、高效的技术依据，同时也为国内外铝土矿及相关产品的贸易交接提供了统一、规范的检测方法，有助于减少贸易争端，促进市场交易的规范化与公平性，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

铝土矿石化学分析方法

第 2 部分：二氧化硅含量的测定

1 范围

本文件描述了采用钼蓝光度法和重量-钼蓝光度法测定铝土矿石中二氧化硅含量的方法。

本文件适用于铝土矿石中二氧化硅含量的测定。包含两个方法（钼蓝光度法，测定范围：0.25%~25.00%；重量-钼蓝光度法，测定范围：15.00%~50.00%），测量范围重叠部分以重量-钼蓝光度法为仲裁方法。

2 规范性引用文件

下列文件的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 钼蓝光度法

4.1 方法概述

试样用碱熔融，盐酸浸取，加钼酸铵使硅形成硅钼杂多酸，然后使用还原剂将其还原为硅钼蓝，用分光光度计在波长 650 nm 处，测量其吸光度。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 所规定的二级水。

4.2.1 氢氧化钠（优级纯）。

4.2.2 盐酸（1+1）。

4.2.3 盐酸（1+3）。

4.2.4 钼酸铵溶液（100 g/L）：称取 50 g 钼酸铵溶于水中，用水稀释至 500 mL，必要时可适当加热和过滤，如沉淀较多需重配。

4.2.5 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合溶液：称取 30 g 硫酸亚铁铵于 500 mL 烧杯中，加 150 mL 水，缓缓加入 165 mL 硫酸（1+1）搅拌使其溶解，冷却后移入 1 L 容量瓶中，再称取 30 g 草酸于另一烧杯中，加热水溶解，冷却后移入上述容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。使用时配制。

4.2.6 酒石酸溶液（300 g/L）：称取 150 g 酒石酸溶于水中，用水稀释至 500 mL。

4.2.7 抗坏血酸（20 g/L），使用时配制。

4.2.8 二氧化硅标准溶液：称取 0.1000 g 预先在 1000 °C 下灼烧 2 h 并冷却的二氧化硅（ $\omega_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$ ）于铂坩埚中，加入 3 g 无水碳酸钠，搅匀，上面再覆盖 1 g 无水碳酸钠，盖上坩埚盖，置于 1000 °C 高温炉中熔融 12 min，取出冷却。置于聚四氟乙烯烧杯中，用 200 mL 沸水浸出，用水洗出坩埚及盖，冷却至室温，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中，此溶液 1 mL 含 0.1 mg 二氧化硅。也可使用有证标准溶液。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 银坩埚：30 mL，带有盖。
 4.3.2 高温炉：可控温度 $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
 4.3.3 分光光度计。
 4.3.4 烘箱：可控温度 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 试样

样品粒度应小于 $75\text{ }\mu\text{m}$ ，预先在 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱（4.3.4）中干燥 2 h，置于干燥器中，冷却至室温后备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按照表 1 称取试样（4.4），精确至 0.1 mg。

表 1 称取试样质量

质量分数/%	试样质量/g
$>0.25\sim 15.00$	0.25
$\geq 15.00\sim 25.00$	0.15

4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料（4.5.1）置于银坩埚（4.3.1）中，加 3 g 氢氧化钠（4.2.1）覆盖于其上，置于高温炉（4.3.2）中，由室温逐渐升温至约 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，熔融 20 min（空白熔融 5 min）。取出，旋转坩埚，使熔融物均匀附着在坩埚内壁，冷却。

4.5.4.2 用滤纸擦净坩埚（4.5.4.1）底部，置于直径不小于 10 cm 的短颈漏斗中，漏斗插入已预先加有 40 mL 盐酸（4.2.2）及 50 mL 沸水的 250 mL 容量瓶中，加少量沸水于坩埚中，待水与熔融物作用完全浸出后，将溶液在摇动容量瓶的情况下倒入容量瓶中，待试料全部溶解后，用热水和 3 mL 盐酸（4.2.3）分次洗涤坩埚，并用热水洗净坩埚及漏斗，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。根据表 2 分取试液于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至约 50 mL，再加入相应体积盐酸（4.2.3），摇匀。还原显色方法采取 4.5.4.3 或 4.5.4.4 任一方法。

表 2 分取溶液体积

二氧化硅的质量分数 %	分取溶液（4.5.4.2）体积 mL	补加盐酸（4.2.3）体积 mL	稀释体积 mL
$>0.25\sim 5.00$	15.00	0	100
$\geq 5.00\sim 15.00$	5.00	2	100
$\geq 15.00\sim 25.00$	5.00	2	100

4.5.4.3 加入 5 mL 钼酸铵溶液 (4.2.4), 摇匀, 显色约 15 min, 然后加入 5 mL 酒石酸溶液 (4.2.6), 混匀, 加入 5 mL 抗坏血酸溶液 (4.2.7), 稀释至刻度, 混匀。显色约 15 min。

4.5.4.4 加入 5 mL 钼酸铵溶液 (4.2.4), 摇匀, 显色约 15 min。然后加入 20 mL 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合液 (4.2.5) 摇匀, 用水稀释至刻度, 显色约 10 min。

4.5.4.5 将溶液(4.5.4.3)或者溶液(4.5.4.4)移入 1 cm 吸收池中, 以水为参比。于分光光度计(4.3.3) 波长 650 nm 处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试料的试剂空白吸光度后, 从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL 二氧化硅标准溶液 (4.2.8), 分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 加水至体积约 50 mL, 各瓶补加 3 mL 盐酸 (4.2.3), 后续步骤按照 4.5.4.3 或 4.5.4.4 进行。

4.5.5.2 将部分溶液 4.5.5.1 移入 1cm 吸收池中, 以水为参比, 于分光光度计 (4.3.3) 波长 650 nm 处测量其吸光度。减去试剂空白溶液吸光度后, 以二氧化硅量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

4.6 分析结果的计算

二氧化硅含量以二氧化硅的质量分数 ω_{SiO_2} 计, 按公式 (1) 计算:

$$\omega_{\text{SiO}_2} = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-3}}{m \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的二氧化硅量, 单位为毫克 (mg);

V ——试液的总体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试料的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升 (mL)。

计算结果保留小数点后两位, 数值修约按照 GB/T 8170 的规定执行。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的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) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

ω %	0.61	1.01	3.42	7.23	20.67
r %	0.05	0.06	0.14	0.16	0.20

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的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再现性限 (R), 超过再现性限 (R) 情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 再现性限

ω %	0.61	1.01	3.42	7.23	20.67
R %	0.08	0.11	0.27	0.31	0.48

5 重量-钼蓝分光光度法

5.1 方法概述

试样用氢氧化钠熔融分解，以盐酸浸出后蒸发至盐类析出，加入盐酸及氯化铵，过滤并灼烧成二氧化硅，然后用氢氟酸处理，使硅以四氟化硅形式挥发除去，氢氟酸处理前后的重量差即为沉淀中的二氧化硅量。用钼蓝光度法测定滤液中残余的二氧化硅量，两者相加即为试样中二氧化硅的量。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 所规定的二级水。

5.2.1 氢氧化钠（优级纯）。

5.2.2 氯化铵（优级纯）。

5.2.3 氨水。

5.2.4 盐酸（ $\rho=1.19\text{g/mL}$ ）。

5.2.5 盐酸（1+1）。

5.2.6 盐酸（1+11）。

5.2.7 盐酸（5+95）。

5.2.8 氢氟酸（ $\rho=1.13\text{g/mL}$ ）。

5.2.9 硫酸（1+1）。

5.2.10 硫氰酸钾溶液（50 g/L）。

5.2.11 硝酸银溶液（10 g/L）。

5.2.12 对硝基酚指示剂溶液（1 g/L）。

5.2.13 钼酸铵溶液（100 g/L）：称取 50 g 钼酸铵溶于水中，用水稀释至 500 mL，必要时可适当加热和过滤，如沉淀较多需重配。

5.2.14 酒石酸溶液（300 g/L）：称取 150 g 酒石酸溶于水中，用水稀释至 500 mL。

5.2.15 抗坏血酸（20 g/L），使用时配制。

5.2.16 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合溶液：称取 30 g 硫酸亚铁铵于 1 L 烧杯中，加 150 mL 水，缓缓加入 165 mL 硫酸（1+1）搅拌使其溶解，冷却后移入 1 L 容量瓶中，再称取 30 g 草酸于另一烧杯中，加热水溶解，冷却后移入上述容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。使用时配制。

5.2.17 二氧化硅标准贮存溶液：称取 0.2500 g 预先在 1000 °C 下灼烧 2 h 并在干燥器中冷却至室温的二氧化硅（ $\omega_{\text{SiO}_2}\geq 99.99\%$ ）于铂坩埚中，加入 3 g 无水碳酸钠，搅匀。上面再覆盖 1 g 无水碳酸钠，盖上坩埚盖，置于 1000 °C 高温炉中熔融 12 min，取出冷却。置于聚四氟乙烯烧杯中，用 100 mL 沸水浸出，用水洗出坩埚及盖，冷至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即转入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含有 0.5 mg 二氧化硅。也可使用有证标准溶液。

5.2.18 二氧化硅标准溶液：移取 25.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液（5.2.17），置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即转入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 25 μg 二氧化硅，使用前现配制。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 银坩埚：30 mL，带有盖。
- 5.3.2 高温炉：可控温度 $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.3.3 分光光度计。
- 5.3.4 烘箱：可控温度 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 试样

样品研磨混匀后通过 $75\text{ }\mu\text{m}$ 标准筛，在烘箱（5.3.4）中于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h，置于干燥器中，冷却至室温，备用。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取 0.5 g 试样（5.4），精确至 0.1 mg。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料（5.5.1）做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料（5.5.1）置于银坩埚（5.3.1）中，加 3 g 氢氧化钠（5.2.1）覆盖于其上，置于高温炉（5.3.2）中，由室温逐渐升温至 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，熔融 20 min（空白熔融 5 min）。取出，旋转坩埚，使熔融物均匀附着在坩埚内壁，冷却。

5.5.4.2 用滤纸将坩埚外壁擦净后，将坩埚直立于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中，小心加入近沸水 20 mL，迅速盖上表面皿防止溅失，待剧烈反应停止后，用盐酸（5.2.5）和热水洗净坩埚及表面皿，加入 20 mL 盐酸（5.2.4），搅拌，将浸出液缓慢移入 400 mL 玻璃烧杯中，置于低温电热板上蒸发至干（盐类应呈松散状态），加 1 g 氯化铵（5.2.2）及 15 mL 盐酸（5.2.4），用玻璃棒搅拌，使杯壁上的盐类全部溶于酸中，盖上表面皿，在近沸的情况下，保温 20 min。用热盐酸（5.2.7）冲洗表皿及杯壁，至体积约 50 mL，立即搅拌至盐类完全溶解，用快速定量滤纸过滤。滤液用 250 mL 容量瓶承接。先用热盐酸（5.2.7）洗涤沉淀至无铁离子[用硫氰酸钾溶液（5.2.10）]检查，继续用温水洗涤至无氯离子[用硝酸银溶液（5.2.11）]检查]。

5.5.4.3 将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中，小心干燥，灰化后放入高温炉中，在 $980\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h，取出，置于干燥器上，冷却至室温，称重，反复灼烧至恒重。沿坩埚内壁加 3~5 滴水润湿沉淀，加 4 滴硫酸（5.2.9），5 mL 氢氟酸（5.2.8）。低温蒸发至冒白烟，取下稍冷，再加 5 mL 氢氟酸（5.2.8），继续加热至冒尽白烟，将残渣连同坩埚置于 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 15 min，取出，置于干燥器中，冷却至室温，称重，并反复灼烧至恒重。

5.5.4.4 将分离硅酸后的滤液（5.5.4.2）用水稀释至刻度，摇匀。分取 10.00 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中，加 1 滴对硝基酚指示剂溶液（5.2.12），用氨水（5.2.3）中和至黄色，再滴加盐酸（5.2.6）至黄色消失并过量 8 mL。容量瓶中加水稀释至约 50 mL，摇匀。还原显色方法采取 5.5.4.5 或 5.5.4.6 任一方法。

5.5.4.5 加入 5 mL 钼酸铵溶液（5.2.13），摇匀，显色约 15 min。然后加入 5 mL 酒石酸溶液（5.2.14），混匀，加入 5 mL 抗坏血酸溶液（5.2.15），稀释至刻度，混匀。显色约 15 min。

5.5.4.6 加入 5 mL 钼酸铵溶液（5.2.13），摇匀，显色约 15 min。然后加入 20 mL 硫酸-草酸-硫酸亚

铁铵混合液 (5. 2. 16) 摇匀, 用水稀释至刻度, 显色约 10 min。

5. 5. 4. 7 将溶液 (5. 5. 4. 5) 或溶液 (5. 5. 4. 6) 移入 1 cm 吸收池中, 以水为参比。于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试料的试剂空白吸光度后, 从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

5. 5. 5 工作曲线的绘制

5. 5. 5. 1 移取 0 mL、1. 00 mL、2. 00 mL、4. 00 mL、6. 00 mL、8. 00 mL、10. 00 mL 二氧化硅标准溶液 (5. 2. 18), 分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 加水至体积约 50 mL, 各瓶补加 8 mL 盐酸 (5. 2. 6), 后续步骤按照 5. 5. 4. 5 或 5. 5. 4. 6 进行。

5. 5. 5. 2 将部分溶液 (5. 5. 5. 1) 移入 1cm 吸收池中, 以水为参比, 于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。减去试剂空白溶液吸光度后, 以二氧化硅量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5. 6 分析结果的计算

二氧化硅含量以二氧化硅的质量分数 ω_{SiO_2} 计, 按公式 (2) 计算:

$$\omega_{SiO_2} = \left(\frac{m_3 - m_4}{m_2} + \frac{m_5 \cdot V_2}{m_2 \cdot V_3} \right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_3 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量, 单位为克 (g);

m_4 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量, 单位为克 (g);

m_5 ——从工作曲线上查得的二氧化硅量, 单位为克 (g);

V_2 ——试液的总体积, 单位为毫升 (mL);

m_2 ——试料的质量, 单位为克 (g);

V_3 ——分取试液的体积, 单位为毫升 (mL);

计算结果保留小数点后两位, 数值修约按照 GB/T 8170 的规定执行。

5. 7 精密度

5. 7. 1 重复性

在重复性条件下获得的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) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 重复性限

ω %	17. 72	20. 59	29. 90
r %	0. 26	0. 26	0. 34

5. 7. 2 再现性

在再现性条件下获得的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再现性限 (R), 超过再现性限 (R) 情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表6 再现性限

ω %	17.72	20.59	29.90
R %	0.51	0.53	0.62

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
 - 本文件编号；
 - 使用的方法；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-