

铝土矿石化学分析方法 第2部分：  
二氧化硅含量的测定

(预审稿)

编制说明

中铝检测科技（郑州）有限公司

2025年9月

## 一、工作简况

### （一）任务来源

2023年11月有色金属标委会在昆明召开年会，中铝检测科技（郑州）有限公司向全体委员会提交了YS/T 575.2《铝土矿石化学分析方法 第2部分：二氧化硅含量的测定》的标准修订建议，申请立项。2024年12月工业和信息化部工信厅科函[2024]463号下达计划，项目得到立项批准，计划号2024-1827T-YS，项目周期12个月，完成时间2025年12月20日。

### （二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

#### 1 主要参加单位情况

中铝检测科技（郑州）有限公司依托国家轻金属质量监督检验中心主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业部分分析检测等基础技术标准的起草工作。

作为本次标准主编单位，中铝检测科技（郑州）有限公司在铝土矿分析检测方面积累了大量的实践经验，在标准编制过程中，积极主动与参编单位及广西华晟、山西华兴、中铝矿业有限公司等一些有代表性的企业联系调研，就铝土矿石中二氧化硅含量测定的钼蓝光度法的具体操作步骤，如二氧化硅的检测范围、铝土矿石的碱熔过程、以及不同还原体系对结果测定的影响等细节问题进行问卷调查，充分了解了行业内各单位比色法和重量法测定铝土矿石中二氧化硅的检测方法及该方法的一些细节问题。在广泛征求意见的基础上，确定了起草思路，牵头制定合适的技术方案，根据国家轻金属质量检验检测中心以往对铝土矿石化学成分分析的经验数据，确定了修订过程中二氧化硅测定的含量范围、不同还原体系的影响等细节问题，完成了项目建议书、立项报告、标准文本、编制说明的编写工作。

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、大冶有色设计研究院有限公司作为一验单位，参加了yst575.2的全部验证工作。湖南有色金属研究院有限责任公司、国电投（山西）铝业有限公司、中铝山西新材料有限公司和中铝（郑州）铝业有限公司作为二验单位，为方法精密度的确定提供了详实、可靠的试验数据，并针对验证过程中遇到的实际问题提出了合理的意见及建议。

#### 2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

起草人	单位	工作职责
-----	----	------

彭展、瞿媛媛、刘静	中铝检测科技（郑州）有限公司	主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调；负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。
谢爱诚	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂	参编人员，完成试验中的一验工作，完成了比色法和重量法的样品精密度样品分析。
潘晓玲	大冶有色设计研究院有限公司	参编人员，完成试验中的一验工作，完成了比色法的样品精密度样品分析。
刘娟	湖南有色金属研究院有限责任公司	参编人员，完成试验中的二验工作，完成了比色法和重量法的样品精密度样品分析。
李玉琳	国电投（山西）铝业有限公司	参编人员，完成试验中的二验工作，完成了比色法和重量法的样品精密度样品分析。
崔军峰	中铝山西新材料有限公司	参编人员，完成试验中的二验工作，完成了比色法和重量法的样品精密度样品分析。
杜晨霞	中铝（郑州）铝业有限公司	参编人员，完成试验中的二验工作，完成了比色法和重量法的样品精密度样品分析。

### （三）主要工作过程

#### 1 预研阶段

标准主编单位中铝检测科技（郑州）有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）长期从事铝土矿石的分析检测工作，主编人员在长期实践过程中积累了丰富的检测经验，也发现了现行标准 YS/T 575.2 中存在的一些不足之处。在此基础上，主编单位有关技术人员，深入一线企业进行调研，了解铝土矿石中二氧化硅的分析方法应用情况，先后与多家企业技术人员深入讨论标准的技术路线与方案，并根据讨论情况，由主编单位整理与撰写，提出标准修订计划。

#### 2 立项阶段

2023 年 11 月有色金属标委会在昆明召开年会，中铝检测科技（郑州）有限公司向全体委员会提交了 YS/T 575.2《铝土矿石化学分析方法 第 2 部分：二氧化硅含量的测定》的标准修订建议，申请立项。2024 年 12 月工业和信息化部工信厅科函[2024]463 号下达计划，项目得到立项批准，计划号 2024-1827T-YS，项目周期 12 个月，完成时间 2025 年 12 月 20 日。

#### 3 起草阶段

##### 3.1 召开任务落实会议

2025 年 4 月在昆明召开有色标委会任务落实会议，确定由中铝检测科技（郑州）有限

公司为标准主编单位，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、大冶有色设计研究院有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、国电投（山西）铝业有限公司、中铝山西新材料有限公司和中铝（郑州）铝业有限公司共 6 家单位为参编单位，会后确定了技术路线及试验方案，之后将标准草案和试验报告提交给各单位，启动试验验证工作。2025 年 6 月底各复验单位陆续返回试验报告，根据试验验证情况，主编单位进行了汇总整理，形成标准文本《征求意见稿 I》。

### 3.2 标准讨论会

2025 年 7 月 9 日~10 日在吉林省长春市召开有色标委会标准讨论会议，与会代表对标准方案的试验方案、试验进度和试验过程中出现的问题进行了初步的讨论，对存在的问题提出了合理的建议，会后主编单位修正了技术路线及试验方案，之后将修正后标准草案和试验报告提交给各单位，启动后续试验验证工作。2025 年 8 月底各复验单位陆续返回试验报告，根据试验验证情况，主编单位进行了汇总整理，形成标准文本《征求意见稿 II》。

### 3.3 标准发函征求意见情况

2025 年 9 月，标准主编单位对 YS/T 575.2《铝土矿石化学分析方法 第 2 部分：二氧化硅含量的测定》进行广泛征求意见，共发送单位 15 个，其中使用单位 10 个，占比 66.7%，科研院所 2 个，占比 13.3%，其他单位 2 个，占比 20.0%，回函的单位数 15 个，回函并有建议或意见的单位数 13 个，没有回函单位数 0 个。根据征求意见稿的回函情况及反馈意见情况，标准编制组再次进行了讨论研究，确定了意见的采纳情况，修改了标准文本，编写了《征求意见稿的征求意见汇总表》。

## 4 预审阶段

2025 年 9 月 23 日~9 月 24 日全国有色金属标委会在山西省西安市召开项目预审会，中铝山东新材料有限公司、中铝山东有限公司、扬州中天利新材料股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、云南铝业股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司等来自全国 18 家单位 19 位代表参加了会议，与会代表对标准文本进行细致的预审和讨论，并提出来较好的修改意见。会后标准主编单位根据预审会讨论情况，对标准文本进一步进行修改与完善，形成标准文本《送审稿 II》。

## 5 审查阶段

## 6 报批阶段

## 二、标准编制原则

(1) 以满足我国铝行业的实际生产和铝土矿石使用的需要为原则，不断提高标准的适

用性。

(2) 应用现代化的仪器提高分析的灵敏度和准确度，分析速度。

(3) 以人为本充分考虑环保的要求，不使用有毒有害的有机试剂。

(4) 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》和有色加工产品标准和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

### 三、标准主要内容的确定及主要试验和验证情况分析

#### 1 标准内容的修订思路

YS/T 575 系列标准为《铝土矿石化学分析方法》，目前有 29 个部分组成，其中二氧化硅含量的测定占据了系列标准的两个部分，即 YS/T 575.2-2007 和即 YS/T 575.3-2007 两个部分，这与目前标准化体系规划发展要求不符，因此需要进行整合修订。本次修订将 YS/T 575.2-2007 和 YS/T 575.3-2007 整合为 YS/T 575.2 一个部分，包含重量-钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法两种方法。

此外，标准在使用时还存在着如下技术问题急需修订：

- 1、钼蓝分光光度法中二氧化硅的分析检测范围太窄，而重量-钼蓝分光光度法步骤繁琐、分析时间太长，不适应工厂快速准确的检测需求；
- 2、熔样坩埚在高温时直接放进高温炉，样品有迸溅的危险；
- 3、酒石酸-抗坏血酸还原体系在钼蓝分光光度法中已经普遍使用，稳定性好，反应速度快，适合广泛推广使用。
- 4、在波长 700nm 测定时，高含量二氧化硅时（即工作曲线 8mL 浓度点）吸光度太高，已达 1.300 左右，信号漂移。

鉴于此，对 YS/T 575.2 和 YS/T 575.3 进行重新修订，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)更改了两种方法元素的测量范围；
- b)增加了“规范性引用文件”；
- c)增加了“术语和定义”；
- d)增加了钼酸铵溶液的配制步骤的配制步骤；
- e)更改了硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合溶液的保存期限；
- f)增加了“也可使用有证标准溶液”；
- g)更改了钼蓝光度法中试样称取质量；

- h)更改了样品熔融时高温炉的升温过程；
- i)更改了钼蓝光度法中洗涤坩埚的盐酸浓度；
- j)更改了钼蓝光度法中移取试液的体积；
- k)更改了钼蓝光度法中试液补加盐酸浓度和体积；
- l)更改了钼蓝光度法的测定波长，由 700 nm 改为 650 nm；
- 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；
- n)更改了钼蓝光度法中工作曲线溶液补加盐酸的体积；
- 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；
- p)增加了重量-钼蓝光度法中工作曲线溶液的浓度点；
- 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。

## 2 钼蓝光度法和重量-钼蓝光度法测量范围的更改

### 2.1 钼蓝光度法的测量范围

钼蓝光度法相较于重量-钼蓝光度法步骤简便、快速，成本低，满足工厂中对快速指导生产的实际需求，因此通过更改称样质量和分取试液体积，扩大了钼蓝光度法中二氧化硅的测定范围。

称取 0.25g 样品，提取到 250mL，分取 15 mL 试液稀释至 100 mL，根据工作曲线的范围，可测量铝土矿中二氧化硅最低含量 0.25%；分取 5 mL 试液稀释至 100 mL，根据工作曲线的范围，可测量铝土矿中二氧化硅最高含量 15%。

称取 0.15g 样品，提取到 250mL，分取 5 mL 试液稀释至 100 mL，根据工作曲线的范围，可测量铝土矿中二氧化硅最高含量 25%。

综上所述，将钼蓝光度法中二氧化硅的测定范围，由原标准  $\leq 15\%$  更改为 0.25%~25.00%。

### 2.2 重量-钼蓝光度法的测量范围

原标准 YS/T 575.2-2007 中二氧化硅的测量范围为  $\geq 15\%$ ，根据文献查阅，三水铝石中的二氧化硅含量一般在 1%~10%，一水硬铝石中二氧化硅含量一般在 10%~40%，极少有超过 50%的铝土矿应用于生产中。因此将重量-钼蓝光度法的测量范围由  $\geq 15\%$  改为 15.00%~50.00%。

## 3 增加了钼酸铵溶液的配制过程

原标准 YS/T 575.2-2007 和 YS/T 575.3-2007 中均未给出钼酸铵溶液的配制过程，但是在实际操作中，钼酸铵试剂由于不同厂家、不同批次，其纯度、结晶形态，导致其溶解度存在

客观差异,通过适当加热可以使部分无法溶解的试剂溶解完全。因此,增加其配制过程和“必要时加热或过滤”的步骤,使操作人员避免了因试剂无法完全溶解而带来的困惑和操作偏差,确保了分析结果的可靠性和重现性,增强了标准的适用性。

#### 4 增加了“也可使用有证标准溶液”

在二氧化硅标准溶液和标准贮存溶液配制的过程中,增加了市售二氧化硅有证标准溶液的使用,提高了分析的准确性与可靠性,显著提升操作效率与便捷性,降低技术难度与操作风险,增强方法的适用性与灵活性,保证了结果的可比性与一致性,增强了标准的严谨性、普适性和现代化水平。

#### 5 更改了样品熔融时高温炉的升温过程

原标准 YS/T 575.2-2007 和 YS/T 575.3-2007 将含有样品的坩埚直接置于  $750^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  的马弗炉中,虽然盖着坩埚盖,但是坩埚盖与坩埚体之间通常并非完全密封,当样品或熔剂中的水分、结晶水或易分解物质在极短时间内受热分解时,会产生大量水蒸气或气体,样品仍有迸溅的危险,因此将步骤改为“置于高温炉中,由室温逐渐升温至约  $750^{\circ}\text{C}$ ”,通过渐进式升温降低迸溅的风险。

#### 6 更改了钼蓝光度法中试液补加盐酸浓度和体积

原标准 YS/T 575.3-2007 移取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,加入 40 mL 盐酸(1+99),当稀释到 100mL 时的 pH 值为 1.08,符合硅钼黄的显色酸度,由于钼蓝光度法的工作曲线溶液调节酸度的试剂使用的是盐酸(1+3),为了使两者保持一致,便于操作人员操作,因此将盐酸浓度统一为盐酸(1+3)。修订后标准移取 15.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,当稀释到 100mL 时的 pH 值为 0.98,符合硅钼黄的显色酸度,不需要补加盐酸(1+3);移取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(1+3),当稀释到 100mL 时的 pH 值为 1.02,符合硅钼黄的显色酸度。

#### 7 更改了钼蓝光度法中洗涤坩埚的盐酸浓度;

原标准 YS/T 575.3-2007 洗涤坩埚使用的是盐酸(1+1),虽然最后清洗的时候坩埚壁上残存的样品很少,但是盐酸(1+1)酸度较高,仍存在使二氧化硅发生聚合的风险。硅酸的聚合会影响其后续反应的活性,可能对分析结果的准确度造成潜在的、不可控的偏差。将洗涤液改为酸度较低的盐酸(1+3),盐酸(1+3)同样能够有效清洗坩埚,可以达到一样的效果,通过降低酸浓度,从根本上避免了高酸度可能导致二氧化硅聚合的风险,使分析方法更加准确。同时也和 YS/T 575 系列其它标准方法保持了一致。

## 8 更改了钼蓝光度法的测定波长，由 700 nm 改为 650 nm

原标准 YS/T 575.3 中钼蓝光度法测定波长选择的是 700 nm，试验发现在测定高含量二氧化硅时（即工作曲线 8 mL 加入点）吸光度太高，已达 1.300 左右，数据见表 2，高吸光度（ $A > 1.0$ ）时，仪器光源强度或检测器灵敏度可能不足，导致信号漂移或噪声增大，影响读数稳定性。

据文献报道，硅钼蓝的最大吸收峰通常在 815 nm 附近，次吸收峰在 635 nm 和 750 nm 附近。通过查阅相关检测标准，一般二氧化硅含量小于 0.5% 时，会选择 800 nm~830 nm 作为分析波长，二氧化硅含量大于 0.5%，会选择 650 nm~780 nm 作为分析波长，因为铝土矿中一水硬铝石的二氧化硅质量分数一般在 10% 以上，含量相对较高，因此选择了 650 nm 作为试验分析波长。同时实验发现波长选择 650 nm 时，高含量二氧化硅时（即工作曲线 8 mL 加入点）吸光度为 1.100 左右，数据见表 2，较满足测试需求，因此选择 650 nm 为测试波长是合适的。

表 2 8 mL 二氧化硅标液不同波长测定吸光度结果

单位名称	净吸光度			
	700 nm		650 nm	
	硫酸-草酸-硫酸亚铁铵体系	酒石酸-抗坏血酸体系	硫酸-草酸-硫酸亚铁铵体系	酒石酸-抗坏血酸体系
中铝检测	1.332	1.337	1.120	1.129
中金岭南	1.330	1.333	1.122	1.125
大冶	1.053	0.965	0.873	0.820

## 9 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

目前，酒石酸-抗坏血酸体系也是钼蓝光度法中一种重要的显色反应体系，主要用于测定硅（Si）、磷（P）、砷（As）等元素。相较于传统的硫酸-草酸-硫酸亚铁铵体系，该体系具有抗干扰能力强、显色稳定、操作简便、环保低毒等优势，广泛应用于冶金、地质、环境、化工等领域的分析检测。

本标准在修订中增加了酒石酸-抗坏血酸体系的使用，提高了标准的适用性。以下试验探究酒石酸-抗坏血酸体系下最优的试验条件。

### 9.1 钼酸铵加入量试验

钼酸铵的主要作用是和硅酸离子生成硅钼黄，通过还原生成可测试的硅钼蓝。钼酸铵量不足会导致硅钼黄生成不完全，量太多时会造成试剂的浪费。为探究酒石酸-抗坏血酸体系下钼酸铵加入量的最优值，特进行以下实验：

于一组 100 mL 容量瓶中各加入 7.50 mL 二氧化硅标准溶液（0.1mg/mL），加水至体积约 50 mL，各瓶补加 3.0 mL 盐酸（1+3），混匀，其中分别加入 1 mL、3 mL、5 mL、10 mL

钼酸铵溶液（100g/L），后续步骤按照标准文本 4.5.4.3，随同做试剂空白，在 650 nm 处测定数据如下表 3。

表 3 钼酸铵加入量试验测定数据（酒石酸-抗坏血酸体系）

钼酸铵加入量/mL	净吸光度		
	中铝检测	中金岭南	大冶
1	0.662	0.904	0.789
3	1.044	1.040	0.827
5	1.038	1.042	0.843
10	1.039	1.039	0.840

**结论：**从表 3 中可以看出三家单位在钼酸铵溶液（100g/L）的加入量为 3mL 的时候达到峰值，3mL~10mL 的数据基本趋于稳定，考虑到试验过程的不确定性和试剂、仪器差异，试剂一般选择过量加入，但是过量太多也容易造成试剂浪费，加入量为 5mL 时，吸光度较高，灵敏度最高，数据稳定性良好，适合不同实验室操作，最终选择加入 5mL 钼酸铵溶液。（同样适用于草酸-硫酸亚铁铵体系）

## 9.2 酒石酸加入量试验

在酒石酸-抗坏血酸体系中，酒石酸不仅是 pH 调节剂，关键可以选择性抑制磷、砷的干扰并且掩蔽  $Fe^{3+}$ 、 $Al^{3+}$  等阳离子金属离子干扰。酒石酸量不足会导致干扰无法完全消除，量太多时会造成试剂的浪费。为探究酒石酸-抗坏血酸体系下酒石酸加入量的最优值，特进行以下实验：

于一组 100mL 容量瓶中各加入 7.50 mL 二氧化硅标准溶液（0.1 mg/mL），加水至体积约 50 mL，各瓶补加 3 mL 盐酸（1+3），混匀，再向其各瓶加入 5 mL 钼酸铵溶液（100 g/L）。显色 20 min 之后，分别加入 1 mL、3 mL、5 mL、10 mL 酒石酸溶液（300 g/L），后续步骤按照标准文本 4.5.4.3，随同做试剂空白，在 650nm 处测定数据如下表 4。

表 4 酒石酸加入量试验测定数据

酒石酸加入量/mL	净吸光度		
	中铝检测	中金岭南	大冶
1	1.135	1.125	0.849
3	1.058	1.045	0.829
5	1.041	1.042	0.827
10	1.027	1.039	0.838

**结论：**从表 4 中可以看出 1mL → 3mL：三家单位的吸光度显著下降，表明酒石酸不足时（加入量为 1mL 时）磷、砷干扰未被完全抑制。3mL~10mL 的数据基本趋于稳定，考虑到试验过程的不确定性和试剂、仪器差异，试剂一般选择过量加入，但是过量太多也容易造成试剂浪费，加入量为 5mL 时，灵敏度高，干扰屏蔽完全，数据稳定性良好，适合不同实验室操作，最终选择加入 5mL 酒石酸溶液。

### 9.3 抗坏血酸加入量试验

抗坏血酸是钼蓝光度法中的关键还原剂，其作用为将硅钼黄还原为硅钼蓝，抗坏血酸量不足会导致还原不够完全，量太多时会造成试剂的浪费。为探究酒石酸-抗坏血酸体系下抗坏血酸加入量的最优值，特进行以下实验：

于一组 100mL 容量瓶中各加入 7.50mL 二氧化硅标准溶液（0.1mg/mL），加水至体积约 50 mL，各瓶补加 3mL 盐酸（1+3），混匀，再向其各瓶加入 5mL 钼酸铵溶液（100g/L）。显色 20min 之后，向其各瓶加入 5mL 酒石酸溶液（300 g/L），再其中分别加入 1mL、3mL、5mL、10mL 抗坏血酸溶液（20g/L），随同做试剂空白，显色 20min 之后，在 650nm 处测定数据如下表 5。

表 5 抗坏血酸对测定结果的影响测定数据

抗坏血酸加入量/mL	净吸光度		
	中铝检测	中金岭南	大冶
1	1.015	1.010	0.815
3	1.032	1.030	0.822
5	1.042	1.042	0.825
10	1.056	1.049	0.827

**结论：**从表 5 中可以看出，三家单位的数据随抗坏血酸用量增加 1mL → 3mL，吸光度而平缓上升，说明还原反应未完全饱和，3mL~10mL 的数据基本趋于稳定，考虑到试验过程的不确定性和试剂、仪器差异，试剂一般选择过量加入，但是过量太多也容易造成试剂浪费，加入量为 5mL 时，灵敏度高，还原反应完全，数据稳定性良好，适合不同实验室操作，最终选择加入 5mL 抗坏血酸溶液。

### 9.4 钼酸铵显色时间试验

为了确定硅钼黄完全形成所需的最优显色时间，特进行以下试验：

于一组 100mL 容量瓶中各加入 7.50mL 二氧化硅标准溶液（0.1mg/mL），加水至体积约 50 mL，各瓶补加 3mL 盐酸（1+3），混匀，再向其各瓶加入 5mL 钼酸铵溶液（100g/L）。显色 0min、5min、10min 和 15min 之后，向其各瓶加入 5mL 酒石酸溶液（300 g/L），再其中分别加入 5mL 抗坏血酸溶液（20g/L），随同做试剂空白，显色 20min 之后，在 650nm 处测定数据如下表 6。

表 6 钼酸铵不同显色反应时间的测定数据

反应时间/min	净吸光度		
	中铝检测	中金岭南	大冶
0	0.828	0.901	0.840
5	1.049	1.038	0.881
10	1.048	1.046	0.871

15	1.041	1.041	0.856
----	-------	-------	-------

**结论:** 从表 6 中可以看出, 三家单位的数据, 加入钼酸铵后反应 5min 时, 吸光度已经达到峰值, 5min~15min 的数据基本趋于稳定, 说明反应已经完成了, 但是做实验时的温度在 20℃ 以上, 考虑到冬天温度较低, 应当适当延长反应时间, 同时考虑到试验过程的不确定性和试剂、仪器差异, 为了保证硅与钼酸盐反应完全, 选择显色反应时间为 15min。

## 9.5 还原反应时间试验

确定硅钼黄完全还原成硅钼蓝显色所需的最优反应时间, 特进行以下试验:

于一组 100mL 容量瓶中各加入 7.50mL 二氧化硅标准溶液 (0.1mg/mL), 加水至体积约 50 mL, 各瓶补加 3mL 盐酸 (1+3), 混匀, 再向其各瓶加入 5mL 钼酸铵溶液 (100g/L)。显色 15min 之后, 向其各瓶加入 5mL 酒石酸溶液 (300 g/L), 再其中分别加入 5mL 抗坏血酸溶液 (20g/L), 随同做试剂空白, 分别在反应 0min、5min、10min 和 15min 之后, 在 650 nm 处测定数据如下表 7。

表 7 还原反应不同时间的测定数据

还原反应时间/min	净吸光度		
	中铝检测	中金岭南	大冶
0	1.036	1.033	0.841
5	1.045	1.045	0.871
10	1.049	1.047	0.875
15	1.052	1.043	0.879

**结论:** 从表 7 中可以看出, 三家单位的数据, 加入抗坏血酸后反应 5min 时, 吸光度已经达到峰值, 5min~15min 的数据基本趋于稳定, 说明反应已经完成了, 但是做实验时的温度在 20℃ 以上, 考虑到冬天温度较低, 应当适当延长反应时间, 同时考虑到试验过程的不确定性和试剂、仪器差异, 为了保证还原反应完全, 选择显色反应时间为 15min。

## 9.6 还原剂稳定性试验 (还原剂的保存期限确定)

由于还原剂在放置过程中易被氧化, 从而导致还原性降低, 特进行以下实验以考察还原剂的稳定性:

在硫酸-草酸-硫酸亚铁铵混合液和抗坏血酸溶液 (20g/L) 配制的第 1、3、5、6、7 天, 分别于一组 100mL 容量瓶中各加入 4.00mL 或 8.00mL 二氧化硅标准溶液 (0.1mg/mL), 加水稀释至约 50 mL, 分别加入 3.0 mL 盐酸(1+3), 后续步骤分别按照标准文本 4.5.4.4 和 4.5.4.3 进行, 在波长 650nm 处测定吸光度, 随同做试剂空白。测定结果如下表 8 所示。

表 8 还原剂稳定性试验测定数据

二氧化	还原	还原剂	中铝检测	中金岭南	大冶
-----	----	-----	------	------	----

硅标准溶液加入体积/mL	剂种类	配制时间	净吸光度(减去空白吸光度)	下降比例/%	净吸光度(减去空白吸光度)	下降比例/%	净吸光度(减去空白吸光度)	下降比例/%
4.00	硫酸亚铁铵	第1天	0.560	0	0.568	0	0.507	0
		第3天	0.562	0.36	0.570	0.35	0.506	-0.197
		第5天	0.562	0.36	0.570	0.35	0.505	-0.394
		第6天	0.561	0.18	0.571	0.53	0.501	-1.183
		第7天	0.558	-0.36	0.566	-0.35	0.501	-1.183
	抗坏血酸	第1天	0.570	0	0.572	0	0.442	0
		第3天	0.571	0.18	0.573	0.17	0.441	-0.226
		第5天	0.573	0.53	0.575	0.52	0.440	-0.452
		第6天	0.569	-0.18	0.571	-0.17	0.435	-1.584
		第7天	0.564	-1.05	0.566	-1.05	0.431	-2.489
8.00	硫酸亚铁铵	第1天	1.116	0	1.119	0	0.873	0
		第3天	1.113	-0.27	1.116	-0.27	0.871	-0.229
		第5天	1.114	-0.18	1.115	-0.36	0.867	-0.687
		第6天	1.105	-0.99	1.109	-0.89	0.863	-1.145
		第7天	1.097	-1.70	1.096	-2.06	0.852	-2.405
	抗坏血酸	第1天	1.123	0	1.125	0	0.820	0
		第3天	1.125	0.18	1.127	0.18	0.820	0
		第5天	1.122	-0.09	1.123	-0.18	0.818	-0.244
		第6天	1.120	-0.27	1.120	-0.44	0.811	-1.098
		第7天	1.112	-0.98	1.113	-1.07	0.799	-2.561

结论：从表 8 可以看出，对于中等含量的二氧化硅，采用硫酸亚铁铵、抗坏血酸两种还原剂测出的结果在配制第七天与第一天相差不大，而对于高含量的二氧化硅，采用硫酸亚铁铵为还原剂测出的结果从配制第六天开始已与第一天相比明显降低，采用抗坏血酸为还原剂测出的结果在配制第七天开始已与第一天相比明显降低，即还原剂的还原性降低。因此，为了保证检测结果的有效性，**两种还原剂的存放期限不可超过五天，最好现用现配。**

## 9.7 溶液稳定性试验

为了评估硅钼蓝显色液在不同时间段的稳定性，特进行以下实验以考察还原后溶液的稳定性：

于 100mL 容量瓶中分别加入 4.00mL、8.00mL 二氧化硅标准溶液（0.1mg/mL），用水稀释至约 50 mL，混匀，加入 3.0 mL 盐酸（1+3），后续步骤按照标准 4.5.4.4 或 4.5.4.3，在波长 650nm 处测定吸光度，随同做试剂空白，溶液放置一段时间后，再次测定吸光度，结果如下表 9~表 11。

表 9 溶液稳定性试验测定数据（中铝检测）

二氧化硅标准溶液加入体积/mL	净吸光度(硫酸亚铁铵)	溶液放置时间/min		
		15	40	90
4.00		0.560	0.563	0.562

	净吸光度（抗坏血酸）	0.570	0.569	0.572
8.00	净吸光度（硫酸亚铁铵）	1.116	1.117	1.119
	净吸光度（抗坏血酸）	1.123	1.124	1.124

表 10 溶液稳定性试验测定数据（中金岭南）

二氧化硅标准溶液加入体积/mL		溶液放置时间/min		
		15	40	90
4.00	净吸光度（硫酸亚铁铵）	0.565	0.568	0.567
	净吸光度（抗坏血酸）	0.578	0.575	0.579
8.00	净吸光度（硫酸亚铁铵）	1.121	1.118	1.123
	净吸光度（抗坏血酸）	1.125	1.123	1.124

表 11 溶液稳定性试验测定数据（大冶）

二氧化硅标准溶液加入体积/mL		溶液放置时间/min		
		15	40	90
4.00	净吸光度（硫酸亚铁铵）	0.507	0.508	0.506
	净吸光度（抗坏血酸）	0.442	0.444	0.443
8.00	净吸光度（硫酸亚铁铵）	0.873	0.872	0.870
	净吸光度（抗坏血酸）	0.820	0.822	0.823

结论：从表 9~表 11 对于两个还原体系而言，溶液放置 1.5h 后吸光度均基本保持不变，说明形成的硅钼蓝至少在 1.5h 内是稳定的。

## 9.8 高铁对二氧化硅的测定干扰试验

三水铝土矿中通常含有较高的三氧化二铁，其含量最高可达 40%。而由于  $Fe^{3+}$  随着含量的升高，使测试溶液中呈现较明显的黄色，可能会干扰硅钼蓝的测定。特进行以下试验以考察高浓度铁存在下两种还原体系对低含量硅和高含量硅测定的影响：

于两组 100mL 容量瓶中各加入 1.00mL（低含量）、6.00mL（中高含量）二氧化硅标准溶液（0.1mg/mL），每组分别加入 0.0mL、3.0mL、6.0mL 的三氧化二铁标准溶液（1.0mg/mL），使样品中三氧化二铁含量分别达到 20%（3mg）、40%（6mg），用水稀释至约 50 mL，混匀，加入 3.0 mL 盐酸（1+3），以下按标准 4.5.4.4 或 4.5.4.3 步骤进行，随同做试剂空白，在 650nm 处测定吸光度，测定数据见下表 12~表 14。

表 12 三氧化二铁对二氧化硅的测定干扰试验数据（中铝检测）

二氧化硅标准溶液加入体积	$Fe_2O_3$ 加入量/mg	净吸光度（硫酸亚铁）	变化比例（硫酸亚铁）	净吸光度（抗坏血）	变化比例（抗坏血）
--------------	------------------	------------	------------	-----------	-----------

/mL		铵)	铵)/%	酸)	酸)/%
1.00	0.0	0.146	0.00	0.145	0.00
	3.0	0.142	-2.74	0.140	-3.45
	6.0	0.145	-0.68	0.144	-0.69
6.00	0.0	0.842	0.00	0.853	0.00
	3.0	0.834	-0.95	0.846	-0.82
	6.0	0.824	-2.14	0.838	-1.76

表 13 三氧化二铁对二氧化硅的测定干扰试验数据 (中金岭南)

二氧化硅标准溶液加入体积 /mL	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 加入量/mg	净吸光度 (硫酸亚铁铵)	变化比例 (硫酸亚铁铵)/%	净吸光度 (抗坏血酸)	变化比例 (抗坏血酸)/%
1.00	0.0	0.141	0	0.143	0
	3.0	0.138	-2.13	0.140	-2.10
	6.0	0.140	-0.71	0.141	-1.40
6.00	0.0	0.852	0	0.859	0
	3.0	0.845	-0.82	0.852	-0.81
	6.0	0.830	-2.58	0.842	-1.98

表 14 三氧化二铁对二氧化硅的测定干扰试验数据 (大冶)

二氧化硅标准溶液加入体积 /mL	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 加入量/mg	净吸光度 (硫酸亚铁铵)	变化比例 (硫酸亚铁铵)/%	净吸光度 (抗坏血酸)	变化比例 (抗坏血酸)/%
1.00	0.0	0.119	0	0.099	0
	3.0	0.118	-0.840	0.100	1.010
	6.0	0.117	-1.681	0.101	2.020
6.00	0.0	0.575	0	0.549	0
	3.0	0.575	0	0.550	0.182
	6.0	0.573	-0.348	0.545	-0.729

结论: 从表 12~表 14 数据可以看出, 低浓度二氧化硅 (1.00 mL 标准溶液) 时, 硫酸亚铁铵法: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 加入量从 0 mg 增加到 6 mg 时, 无明显规律性干扰, 净吸光度变化幅度较小 (<3%); 抗坏血酸法: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 加入量从 0 mg 增加到 6 mg 时, 净吸光度干扰程度略高于硫酸亚铁铵法, 但整体影响仍较小。

高浓度二氧化硅 (6.00 mL 标准溶液) 时, 硫酸亚铁铵法: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 加入量从 0 mg 增加到 6 mg 时, 净吸光度随 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 增加呈下降趋势, 干扰效应更明显, 但绝对值仍较低 (≤3.44%)。抗坏血酸法: Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 加入量从 0 mg 增加到 6 mg 时, 净吸光度同样呈下降趋势, 干扰程度略低于硫酸亚铁铵法。

对比两种还原剂, 抗坏血酸法的干扰变化比例整体略低于硫酸亚铁铵法 (尤其在 6.00 mL 时), 表明抗坏血酸对 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的干扰抑制效果稍优。两种方法在低、高浓度 SiO<sub>2</sub> 时干扰均未超过 3.5%, 说明 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对 SiO<sub>2</sub> 测定的干扰较小, 且抗坏血酸法的抗干扰性能略优于硫酸亚铁铵法。两种还原体系均可测定氧化铁含量<40%以下铝土矿中的二氧化硅含量。

## 9.9 磷对二氧化硅的测定干扰试验

铝土矿中可能存在少量的磷，对硅的测定可能会产生一定的影响。为考察磷的存在对硅测定的影响，特进行以下实验：

于一组 100mL 容量瓶中各加入 7.50mL 二氧化硅标准溶液(0.1mg/mL)，分别加入 1.0mL、2.0mL、5.0mL 的磷标准溶液(20 μg/mL)。条件 A：二氧化硅含量<5%，即移取试液为 15mL 时，使样品中五氧化二磷含量分别达到原样品含量 0.3% (20 μg)、0.6% (40 μg)、1.5% (100 μg)；条件 B：二氧化硅含量>5%，即移取试液为 5mL 时，使样品中五氧化二磷含量分别达到原样品含量 0.9% (20 μg)、1.8% (40 μg)、4.6% (100 μg)，加水至体积约 50 mL，混匀，各瓶补加 3mL 盐酸 (1+3)，混匀，以下按标准 4.5.4.3 步骤进行，随同做试剂空白，在 650nm 处测定数据如下表 15。

表 15 磷对二氧化硅的测定干扰试验数据 (酒石酸-抗坏血酸)

磷加入量 / μg	中铝检测		中金岭南		大冶	
	净吸光度	变化比例 /%	净吸光度	变化比例 /%	净吸光度	变化比例 /%
0	1.046	0.00	1.043	0.00	0.840	0.00
20	1.049	0.29	1.046	0.29	0.842	0.29
40	1.054	0.76	1.052	0.86	0.848	0.76
100	1.070	2.29	1.071	2.68	0.850	2.29

**结论：**从表 15 数据可以看出，三家单位的数据显示磷溶液加入量的增加会使二氧化硅测定吸光度略偏高，但整体上升较小，说明酒石酸对磷有一定的屏蔽作用。最高加入 5.0mL，数据变化最高波动 2.6%，结果变化基本可以接受，但五氧化二磷含量过高，仍有无法屏蔽的风险。

结合现在国内所使用的主要为国外三水铝石和国内一水硬铝石，三水铝石的二氧化硅含量一般在 5%以下，其杂质含量相对低，一般 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 含量小于 1.0%，符合条件 A。国内一水硬铝石中的二氧化硅含量一般在 5%~25%，一般 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 含量小于 3.0%，符合条件 B，两种变化的试验结果变化均在可接受的范围内。**说明在酒石酸-抗坏血酸体系可以分析含磷铝土矿。**

## 10 更改了钼蓝光度法中工作曲线溶液补加盐酸的体积

原标准 YS/T 575.3-2007 中工作曲线溶液中移取二氧化硅标准溶液之后，补加了 2.5 mL 盐酸 (1+3)，稀释到 100mL 后，此时工作曲线溶液的 pH 值为 1.12，为了和测试溶液的 pH 值 1.02 保持一致，改为补加 3 mL 盐酸 (1+3)，此时工作曲线溶液的 pH 值为 1.05，符合硅钼黄的显色酸度。

## 11 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

原标准 YS/T 575.2-2007 中在 750 °C 熔融完样品后，将坩埚直立在 300 mL 烧杯中，加入

沸水进行提样。虽然并未提及烧杯是什么材质，但是如果使用玻璃烧杯，熔融后的样品是高温、高浓度的强碱性物质，加入沸水时，反应剧烈，极易导致碱液从坩埚中溢出或溅出。溢出的浓碱会腐蚀玻璃烧杯的内壁。玻璃中的二氧化硅成分（ $\text{SiO}_2$ ）会以硅酸钠的形式溶解到溶液中。会直接导致试剂空白中的二氧化硅含量显著增加，准确度下降。

修订后改为**聚四氟乙烯烧杯进行溶样**，通过加入 20 mL 浓盐酸酸化溶液后，再转移到玻璃烧杯进行后续步骤，可以避免上述现象的产生，提升数据准确性。

## 12 增加了重量-钼蓝光度法中工作曲线溶液的浓度点

原标准 YS/T 575.2-2007 中工作曲线溶液的最高浓度点为 6 mL，换算为样品中二氧化硅质量分数为 0.75%，但是在实际操作中滤液可能含有 1%以上的二氧化硅，为了满足试验需求，增加了 8 mL、10 mL 的浓度点，最高可测滤液中二氧化硅含量 1.25%。

## 13 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。

对硝基酚指示剂溶液是调剂溶液 pH 值的指示剂，原标准 YS/T 575.2-2007 在工作曲线溶液配制的时候使用对硝基酚指示剂，将溶液的 pH 值精确调节至 6（黄色刚好消失的酸度），在此基础上，再补加 8 mL 盐酸（1+11），从而将溶液的最终酸度调节至 pH 1.10，此为硅钼黄的最佳显色酸度。

但是由于二氧化硅标准溶液的加入量非常少，对溶液整体的 pH 值影响微乎其微。可以默认在加入标准溶液后，溶液的 pH 值本身就处于 6~7 的范围内。这个范围与原方法中先用指示剂调节到的 pH 6 是等效的。因此，删除繁琐地使用对硝基酚指示剂调节 pH 值的步骤，直接加入定量的 8 mL 盐酸（1+11），同样可以达到最终 pH 1.10 的显色要求。删除后使操作更加简便，避免了因人为判断指示剂颜色变化终点可能带来的操作误差，也和钼蓝光度法工作曲线溶液配制过程保持一致，便于实验室人员记忆和操作。

## 14 钼蓝光度法样品分析

### 14.1 工作曲线的绘制

#### 14.1.1 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵还原体系工作曲线

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（0.1mg/mL），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（1+3），后续步骤按照标文本准 4.5.4.4 进行。将部分溶液移入 1 cm 吸收池中，以水为参比，于分光光度计波长 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 650 nm 工作曲线。

中铝检测通过数据拟合得到 650 nm 的工作曲线公式  $Y=1.398X+0.0028$ ,  $R^2=1.0000$ 。

中金岭南通过数据拟合得到 650 nm 的工作曲线公式  $Y=1.4X+0.0046$ ,  $R^2=0.9999$ 。

大冶有色通过数据拟合得到 650 nm 的工作曲线公式  $Y=0.9494X+0.0101$ ,  $R^2=0.9996$ 。

**结论：三家实验室的硫酸-草酸-硫酸亚铁铵还原体系工作曲线相关系数  $R^2$  都在 0.9995 以上，线性关系好，符合分析要求，分析结果具有较高的可靠性。**

#### 14.1.2 酒石酸-抗坏血酸还原体系工作曲线

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 (0.1mg/mL)，分别置于一组 100 mL 容量瓶中，加水至体积约 50 mL，各瓶补加 3mL 盐酸 (1.3)，后续步骤按照标准 4.5.4.3 进行。将部分溶液移入 1cm 吸收池中，以水为参比，于分光光度计波长 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 650nm 工作曲线。

中铝检测通过数据拟合得到 650nm 的工作曲线公式  $Y=1.390X+0.0012$ ,  $R^2=0.9999$ 。

中金岭南通过数据拟合得到 650nm 的工作曲线公式  $Y=1.4X+0.0040$ ,  $R^2=0.9999$ 。

大冶有色通过数据拟合得到 650nm 的工作曲线公式  $Y=0.9151X+0.045$ ,  $R^2=0.9997$ 。

**结论：三家实验室的酒石酸-抗坏血酸还原体系工作曲线相关系数  $R^2$  都在 0.9995 以上，线性关系好，符合分析要求，分析结果具有较高的可靠性。**

#### 14.1.3 不同还原体系对比

考察硫酸-草酸-硫酸亚铁铵和酒石酸-抗坏血酸两个还原体系对工作曲线的影响，根据 13.1.1 和 13.1.2 绘制的工作曲线如图 1~图 3 所示。

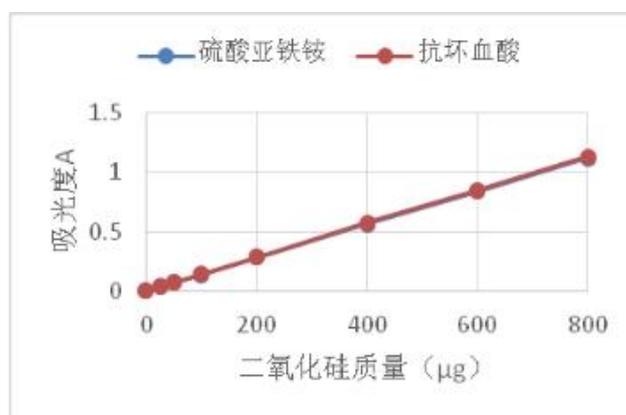


图 1 不同还原体系对工作曲线的影响 (中铝检测)

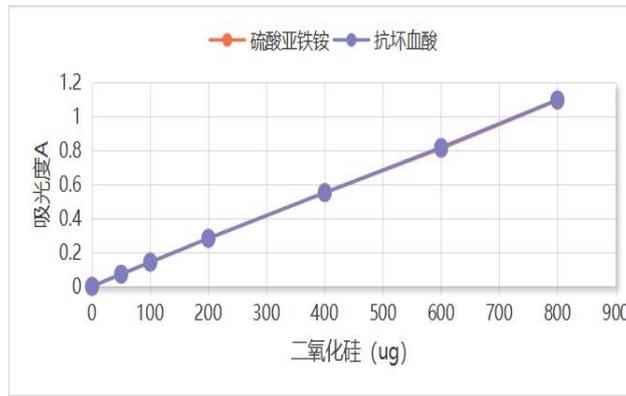


图 2 不同还原体系对工作曲线的影响（中金岭南）

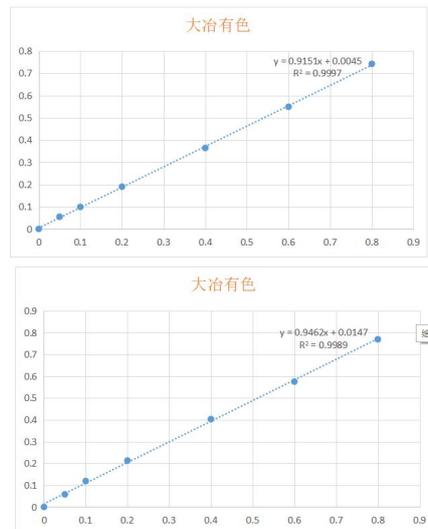


图 3 不同还原体系对工作曲线的影响（大冶）

上图：硫酸-草酸-硫酸亚铁铵还原体系；下图：酒石酸-抗坏血酸体系

结论：从图 1~图 3 中可以看出，相同条件下，不同还原剂对工作曲线的影响较小，通过线性拟合可得：两个还原体系的工作曲线 K 值几乎一致，硫酸-草酸-硫酸亚铁铵和酒石酸-抗坏血酸两个还原体系都可作为还原硅钼黄的方法。

## 14.2 钼蓝光度法准确度验证试验

选取 GLK-5、GLK-10 和 GLK-2 三个标准样品，分别按样品测定步骤进行，在 650 nm 波长下使用工作曲线进行测定，数据见表 16~表 18。

表 16 准确度验证试验数据（中铝检测）

标准样品	二氧化硅含量 (%) 标准值	二氧化硅含量 (%) 实测值	实测值与标准值之差 /%
GLK-5	6.84	6.83	0.01
GLK-10	10.88	10.78	0.10
GLK-2	20.82	20.71	0.11

表 17 准确度验证试验数据（中金岭南）

标准样品	二氧化硅含量 (%) 标准值	二氧化硅含量 (%) 实测值	实测值与标准值之差
------	----------------	----------------	-----------

	准值	值	/%
GLK-5	6.84	6.78	0.06
GLK-10	10.88	10.86	0.02
GLK-2	20.82	20.61	0.21

表 18 准确度验证试验数据（大冶）

标准样品	二氧化硅含量（%）标 准值	二氧化硅含量（%）实测 值	实测值与标准值之差 /%
GLK-5	6.84	6.90	0.06
GLK-10	10.88	10.80	0.08
GLK-2	20.82	20.85	0.03

结论：表 16~表 18 数据显示，三个标准样品的检测数据与其标准值基本吻合，均满足允许差的要求，说明此试验方法准确度较高。

### 14.3 钼蓝光度法样品分析结果

根据二氧化硅的测定范围分成合适的若干段，找到适合分段范围的五个样品，并对样品进行相应的处理，根据标准方法将每个样品重复测定11次，进行数据统计，结果见表19~表23。

表19 Si-1#精密度试验统计结果

二氧化硅 范围 /%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值 /%	标准偏 差/%	RSD/%
0.25 ~ 1.00	中铝检测	0.61、0.58、0.59、0.62、0.59、0.61、 0.62、0.55、0.60、0.61、0.62	0.60	0.022	3.71
	中金岭南	0.62、0.61、0.63、0.62、0.64、0.63、 0.62、0.61、0.63、0.65、0.63	0.63	0.012	1.93
	湖南有色	0.62、0.63、0.64、0.65、0.62、0.64、 0.65、0.64、0.65、0.63、0.64	0.64	0.011	1.73
	国电投	0.62、0.62、0.65、0.62、0.62、0.63、 0.62、0.62、0.62、0.65、0.63	0.63	0.012	1.90
	中铝（郑 州）	0.57、0.58、0.59、0.58、0.59、0.60、 0.61、0.59、0.61、0.59、0.58	0.59	0.011	1.92
	大冶	0.60、0.59、0.61、0.58、0.60、0.59、 0.59、0.62、0.61、0.59、0.58	0.60	0.013	2.16
	山西新材 料	0.65、0.60、0.59、0.59、0.58、0.63、 0.60、0.64、0.60、0.63、0.65	0.61	0.026	4.20

表20 Si-2#精密度试验统计结果

二氧化硅 范围 /%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值 /%	标准偏 差/%	RSD/%
1.00 ~ 2.00	中铝检测	1.00、0.96、0.98、0.95、0.99、0.97、 0.95、1.03、1.06、1.00、1.05	0.99	0.039	3.92
	中金岭南	1.02、1.01、1.02、0.99、1.02、1.01、 0.98、0.99、1.01、1.02、1.03	1.01	0.016	1.56

	湖南有色	0.98、0.95、0.97、0.95、0.96、0.97、0.94、0.96、0.95、0.97、0.98	0.96	0.013	1.38
	国电投	0.94、0.96、0.93、0.94、0.96、0.93、0.95、0.96、0.93、0.96、0.96	0.95	0.013	1.42
	中铝（郑州）	0.99、0.97、0.99、1.02、1.03、1.03、0.99、1.00、0.99、1.01、0.99	1.00	0.018	1.79
	大冶	0.96、0.93、0.92、0.95、0.91、0.94、0.92、0.93、0.95、0.91、0.92	0.93	0.017	1.83
	山西新材料	0.96、0.99、0.97、0.98、0.99、0.98、0.97、0.98、0.96、0.95、0.97	0.97	0.013	1.31

表21 Si-3#精密度试验统计结果

二氧化硅范围/%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
2.00 ~ 5.00	中铝检测	3.43、3.41、3.41、3.38、3.37、3.35、3.32、3.34、3.23、3.36、3.27	3.35	0.061	1.82
	中金岭南	3.30、3.27、3.26、3.28、3.26、3.30、3.29、3.26、3.28、3.28、3.28	3.28	0.015	0.45
	湖南有色	3.41、3.45、3.50、3.52、3.38、3.48、3.50、3.47、3.55、3.54、3.48	3.48	0.052	1.49
	国电投	3.36、3.40、3.47、3.36、3.42、3.39、3.38、3.51、3.35、3.38、3.44	3.41	0.050	1.48
	中铝（郑州）	3.37、3.40、3.39、3.43、3.45、3.36、3.46、3.38、3.39、3.43、3.45	3.41	0.035	1.03
	大冶	3.55、3.57、3.51、3.49、3.48、3.47、3.51、3.47、3.50、3.55、3.49	3.51	0.034	0.98
	山西新材料	3.42、3.39、3.42、3.57、3.49、3.38、3.44、3.56、3.55、3.49、3.52	3.48	0.069	1.99

表22 Si-4#精密度试验统计结果

二氧化硅范围/%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
5.00 ~ 15.00	中铝检测	7.13、7.06、7.15、7.12、7.09、7.06、7.23、7.16、7.19、7.18、7.16	7.14	0.054	0.76
	中金岭南	7.10、7.08、7.12、7.13、7.12、7.10、7.09、7.13、7.15、7.13、7.11	7.11	0.021	0.29
	湖南有色	7.25、7.36、7.29、7.37、7.19、7.10、7.40、7.38、7.34、7.30、7.25	7.29	0.091	1.25
	国电投	7.21、7.15、7.18、7.14、7.10、7.11、7.16、7.19、7.14、7.22、7.16	7.16	0.038	0.53
	中铝（郑州）	7.17、7.22、7.23、7.25、7.22、7.19、7.25、7.18、7.28、7.24、7.26	7.23	0.035	0.48
	大冶	7.42、7.41、7.41、7.34、7.38、7.39、7.43、7.31、7.33、7.38、7.41	7.38	0.040	0.54
	山西新材料	7.31、7.12、7.31、7.28、7.22、7.18、7.34、7.25、7.28、7.33、7.30	7.27	0.068	0.93

表23 Si-5#精密度试验统计结果

二氧化硅范围/%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
15.00 ~ 25.00	中铝检测	20.79、20.59、20.67、20.52、20.57、20.50、20.74、20.64、20.57、20.62、20.71	20.63	0.091	0.44
	中金岭南	20.40、20.43、20.42、20.41、20.40、20.39、20.38、20.41、20.40、20.39、20.41	20.40	0.014	0.07
	湖南有色	20.65、20.49、20.79、20.68、20.59、20.68、20.58、20.59、20.63、20.57、20.69	20.63	0.080	0.39
	国电投	20.87、20.98、20.96、20.64、20.75、20.86、20.81、20.79、20.91、20.86、20.59	20.82	0.123	0.59
	中铝（郑州）	20.79、20.81、20.89、20.85、20.93、20.84、20.80、20.78、20.89、20.86、20.92	20.85	0.052	0.25
	大冶	20.69、20.64、20.56、20.60、20.57、20.66、20.61、20.57、20.59、20.63、20.61	20.61	0.040	0.20
	山西新材料	20.75、20.77、20.74、20.68、20.73、20.75、20.79、20.76、20.77、20.78、20.76	20.75	0.030	0.14

精密密度试验表明，各元素测量的标准偏差和相对标准偏差均在可接受范围内，方法具备良好的精密密度。该项标准的钼蓝光度法共有 7 家验证单位。依据 GB/T6379.2-2004 的要求对 7 家实验室在不同水平上的分析数据进行统计，对元素不同水平的数据计算重复性方差与实验室间方差和再现性方差，从而确定了方法的重复性限和再现性限，见表 24 所示。

表 24 钼蓝光度法精密密度计算结果

	Si-1#	Si-2#	Si-3#	Si-5#	Si-6#
总平均值	0.61	1.01	3.42	7.23	20.67
<i>r</i>	0.05	0.06	0.14	0.16	0.20
<i>R</i>	0.08	0.11	0.27	0.31	0.48

#### 14.4 钼蓝光度法试验结论

通过一系列的试验可知：酒石酸-抗坏血酸还原体系分析铝土矿中的二氧化硅是可行的，通过减少称样量可以把采用钼蓝分光光度法的范围扩大到 25%，新方法的准确度和精密密度实验均表明本文所述方法具有良好的准确度和精密密度。

### 15 重量-钼蓝光度法样品分析

#### 15.1 工作曲线的绘制

##### 15.1.1 酒石酸-抗坏血酸还原体系工作曲线的绘制

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（25 μg/mL），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（1+11），后续步骤按照后续步骤 5.5.4.5 进行。将部分溶液移入 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 700 nm 工作曲线。

中铝检测通过数据拟合得到 700 nm 的工作曲线公式  $Y=1.650X+0.0007$ ， $R^2=0.9999$ 。

**结论：酒石酸-抗坏血酸还原体系工作曲线相关系数  $R^2$  为 0.9999，线性关系好，符合分析要求，分析结果具有较高的可靠性。**

### 15.1.2 硫酸-草酸-硫酸亚铁铵还原体系工作曲线的绘制

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（25 μg/mL），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（1+11），后续步骤按照后续步骤 5.5.4.6 进行。将部分溶液移入 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。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 700 nm 工作曲线。

中铝检测通过数据拟合得到 700 nm 的工作曲线公式  $Y=1.665X-0.0027$ ， $R^2=0.9999$ 。

**结论：硫酸-草酸-硫酸亚铁铵还原体系工作曲线相关系数  $R^2$  为 0.9999，线性关系好，符合分析要求，分析结果具有较高的可靠性。**

## 15.2 重量-钼蓝光度法样品分析结果

根据二氧化硅的测定范围分成合适的若干段，找到适合分段范围的个样品，并对样品进行相应的样品处理，根据标准方法将每个样品重复测定11次，进行数据统计，结果见表25～表27。

表25 Si-6#精密度试验统计结果

二氧化硅范围/%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
15.00 ~ 20.00	中铝检测	17.60、17.50、17.91、17.50、17.48、17.83、17.68、17.57、17.80、17.83、17.74	17.68	0.155	0.87
	中金岭南	17.78、17.80、17.71、17.79、17.76、17.89、17.85、17.80、17.82、17.81、17.83	17.80	0.047	0.26
	湖南有色	17.86、17.95、17.90、17.92、17.80、17.89、17.81、17.84、17.94、17.88、17.83	17.87	0.051	0.29

	国电投	17.56、17.45、17.36、17.46、17.54、 17.41、17.46、17.62、17.58、17.64、 17.59	17.52	0.092	0.52
	中铝（郑 州）	17.83、17.86、17.73、17.95、17.88、 17.89、17.70、17.99、17.85、17.96、 17.88	17.87	0.089	0.50
	山西新材 料	17.56、17.50、17.51、17.48、17.51、 17.58、17.61、17.59、17.63、17.54、 17.61	17.56	0.051	0.29

表26 Si-7#精密度试验统计结果

二氧化硅 范围 /%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值 /%	标准偏 差/%	RSD/%
20.00 ~ 25.00	中铝检测	20.70、20.60、20.51、20.65、20.74、 20.70、20.69、20.67、20.70、20.73、 20.69	20.67	0.065	0.32
	中金岭南	20.66、20.43、20.31、20.45、20.45、 20.49、20.42、20.49、20.65、20.60、 20.48	20.49	0.105	0.51
	湖南有色	20.59、20.65、20.52、20.43、20.55、 20.50、20.48、20.60、20.61、20.55、 20.45	20.54	0.070	0.34
	国电投	20.53、20.54、20.59、20.64、20.79、 20.63、20.46、20.54、20.35、20.46、 20.54	20.55	0.114	0.56
	中铝（郑 州）	20.73、20.91、20.75、20.87、20.85、 20.97、20.82、20.89、20.92、20.86、 20.75	20.85	0.078	0.37
	山西新材 料	20.49、20.38、20.38、20.46、20.49、 20.39、20.48、20.47、20.45、20.43、 20.40	20.44	0.044	0.22

表27 Si-8#精密度试验统计结果

二氧化硅 范围 /%	单位名称	SiO <sub>2</sub> 测定值/%	平均值 /%	标准偏 差/%	RSD/%
25.00 ~ 50.00	中铝检测	29.73、29.80、29.96、29.75、30.05、 29.91、30.00、29.89、29.86、30.03、 30.10	29.92	0.124	0.41
	中金岭南	29.59、29.68、29.59、29.72、29.62、 29.75、29.68、29.66、29.80、29.78、 29.76	29.69	0.074	0.25
	湖南有色	30.15、30.08、30.10、30.16、30.20、 30.05、30.11、30.08、30.25、30.20、 30.16	30.14	0.062	0.20
	国电投	29.86、30.01、29.98、30.03、29.86、 29.85、29.94、30.04、29.94、29.86、 30.05	29.95	0.080	0.27

中铝（郑州）	29.88、29.96、29.81、29.98、29.95、29.97、29.99、29.99、29.93、29.95、29.97	29.94	0.054	0.18
山西新材料	29.58、29.47、29.67、29.47、29.88、29.98、29.87、29.94、30.00、29.48、29.78	29.74	0.211	0.71

精密度试验表明，各元素测量的标准偏差和相对标准偏差均在可接受范围内，方法具备良好的精密度。该项标准的重量-钼蓝光度法共有 6 家验证单位。依据 GB/T 6379.2-2004 的要求对 6 家实验室在不同水平上的分析数据进行统计，对不同元素不同水平的数据计算重复性方差与实验室间方差和再现性方差，从而确定了方法的重复性限和再现性限，见表 28 所示。

表 28 重量-钼蓝光度法精密度计算结果

	Si-6#	Si-7#	Si-8#
总平均值	17.72	20.59	29.90
<i>r</i>	0.26	0.26	0.34
<i>R</i>	0.51	0.53	0.62

### 15.3 重量-钼蓝光度法试验结论

重量-钼蓝光度法在经过一系列优化（包括增加聚四氟乙烯烧杯以应对样品前处理、增加工作曲线浓度点以提升校准范围可靠性）后，进行了系统地验证。准确度与精密度实验结果表明，优化后的方法在保持原方法特性的基础上，其分析性能均满足要求，确保了分析结果的准确性与可靠性。因此，该优化后的重量-钼蓝光度法可以继续应用于日常检测工作。

## 四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

## 五、预期达到的社会效益等情况

### （一）项目的必要性简述

铝土矿石是氧化铝工业的重要原材料，我国是氧化铝生产大国，全球近一半的氧化铝均产自我国，因此我国的铝土矿消耗量十分巨大。铝土矿石中主要组分包括氧化铝、氧化硅、氧化铁和氧化钛等，在氧化铝生产及铝土矿石的大宗原材料贸易过程中，矿石中的元素含量是指导生产和评价矿石品质的重要指标，其中铝硅比是公认的衡量铝土矿石等级的重要参数，因此准确、快速地测定铝土矿石中的二氧化硅含量是十分重要的。

YS/T 575 系列标准为《铝土矿石化学分析方法》，目前有 27 个部分组成，其中二氧化硅含量的测定占据了系列标准的两个部分，即 YS/T 575.2-2007 和即 YS/T 575.3-2007 两个部分，这与目前标准化体系规划发展要求不符，因此需要进行整合修订。本次修订将 YS/T

575.2-2007 和 YS/T 575.3-2007 整合为 YS/T 575.2 一个部分，包含重量-钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法两种方法。

此外，标准在使用时还存在着如下技术问题急需修订：标准在使用时还存在着如下技术问题急需修订：1、钼蓝分光光度法中二氧化硅的分析检测范围太窄，而重量-钼蓝分光光度法步骤繁琐、分析时间太长，不适应工厂快速准确的检测需求；2、熔样坩埚在高温时直接放进高温炉，样品有迸溅的危险；3、酒石酸-抗坏血酸还原体系在钼蓝分光光度法中已经普遍使用，稳定性好，反应速度快，适合广泛推广使用；4、在波长 700nm 测定时，高含量二氧化硅时（即工作曲线 8mL 浓度点）吸光度太高，已达 1.300 左右，信号漂移。

现行标准为 2006 年发布，实施距今已十年有余，现行标准已不能满足铝行业的新需求，修订后的标准在技术路线上更加完善，在保证准确度的基础上，使分析人员操作过程更加方便，同时增强了标准的实用性和广泛适用性，能够更好的满足目前我国铝土矿检测和质量控制的要求，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

## （二）项目的可行性简述

钼蓝光度法作为一种传统的化学分析方法，对实验室的要求没有那么苛刻，有其不可取代的优点：设备简单（仅需分光光度计），成本低，灵敏度高，分析速度快，适合实验室常规分析。钼蓝光度法的测定结果与 XRF、ICP-OES 法一致性良好（相对偏差 $<5\%$ ）。

钼蓝光度法测定二氧化硅方法中，还原硅钼黄的体系有两种，分别是硫酸-草酸-硫酸亚铁铵体系和酒石酸-抗坏血酸体系。其中草酸能有效掩蔽磷酸盐（ $\text{PO}_4^{3-}$ ）、砷酸盐（ $\text{AsO}_4^{3-}$ ）等干扰离子，通过络合作用消除磷钼酸、砷钼酸等杂多酸干扰，适用于含磷、砷的复杂样品。酒石酸可有效掩蔽铁（ $\text{Fe}^{3+}$ ）、钛（ $\text{Ti}^{4+}$ ）等高价金属离子干扰，适用于含高铁、钛的样品（如冶金样品）。硫酸亚铁铵稳定性略差，还原效率弱于抗坏血酸，对低浓度硅（ $<0.1\text{ mg/L}$ ）的检测灵敏度不足，抗坏血酸和酒石酸溶液而稳定性较好，相较于硫酸亚铁铵（铁剂），后者对环境更友好。两种方法不仅在铝行业及相关行业都有广泛地应用，经过多方进行了验证，证明了方法的可行性。

本次修订针对原标准中技术路线的缺陷进行了完善，规定了铝土矿中硅含量的测定范围，通过改变样品称样量和分取试液体积可以将钼蓝光度法的测量上限增加到 25%，保持良好精密度，修订后标准能够更好满足现在的生产需求，经试验证明切实可行。

## （三）标准的先进性、创新性、标准实施后产生的经济效益和社会效益

A) 将 YS/T 575.2 和 YS/T 575.3 两项标准进行了整合，对方法的测量范围进行统一调整，

符合国家有关标准发展规划要求。国际标准 ISO 6607-1985《重量-钼蓝光度法测定铝土矿中二氧化硅的含量》，现已废止，修订后标准填补了国际标准空白，推动检测能力与国际接轨。

B) 通过实验验证，创新性设计试样称取质量表格和试液移取体积表格，实现钼蓝光度法检测范围从 $\leq 15.00\%$ 扩展至 $0.25\% \sim 25.00\%$ ，覆盖国内一水硬铝石矿典型硅含量（ $10\% \sim 30\%$ ），避免传统重量法耗时长久的缺陷。

C) 增加了对环境更加友好的酒石酸-抗坏血酸还原体系，实现分析过程绿色环保。

D) 检测成本降低，钼蓝光度法替代重量法，单次检测成本减少 $50\%$ 以上（省去熔融、过滤等复杂步骤）。提高生产效率，快速检测支持矿山实时工艺调整。

修订后的标准整体达到国内先进水平，为我国铝土矿石的成分评价提供准确、快速的检测方法，进一步推进我国铝土矿石进出口贸易的规范化，为我国铝工业的良好发展打下基础。

## 六、采用国际标准和国外先进标准情况

本标准未采用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。

本标准属于有色金属标准体系。本标准完全符合国家法律、法规的有关的要求；在技术要求、试验方法等方面与国内相关标准协调一致；标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规，符合 GB/T 1.1 的有关要求。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

## 九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议该标准为推荐性行业标准。

## 十、贯彻标准的要求和措施建议

1、组织措施：建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝土矿石的使用单位以及有关的检测机构宣传本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。建议由国家标准化管理委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网上发布等。

2、技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3、过渡办法：建议本标准批准发布 6 个月后实施。

## 十一、废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替 YS/T 575.2-2007《铝土矿石化学分析方法 二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法》和 YS/T 575.2-2007《铝土矿石化学分析方法 二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法》。

## 十二、其他应予以说明的事项

无。

《铝土矿石化学分析方法 二氧化硅含量的测定》编制组

2025年10月28日