



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.16—2014

铜精矿化学分析方法 第 16 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 16: Determination of silicon dioxide content—
 K_2SiF_6 titrimetric method and gravimetric method

2014-12-05 发布

2015-08-01 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

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法；
- 第 4 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 8 部分：锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 9 部分：砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代甲酸银分光光度法；
- 第 10 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法；
- 第 13 部分：铜量的测定 电解法；
- 第 14 部分：金和银量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 16 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法；
- 第 17 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：砷、铈、铋、铅、锌、镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3884 的第 16 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：中条山有色金属集团有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司、北京矿冶研究总院、紫金矿业集团股份有限公司、云南铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司。

本部分主要起草人：董效林、李琴美、张光华、王晋平、马丽君、张万兴、常冀湘、董俊龙、邵从和、李鸿英、陈小燕、何梅、袁玉霞、胡军凯、李玉琴、高颖剑、姜求韬、李华荣、罗秀芬、钟跃汉、刘艳、陈渝滨、李朝阳、谢柏华、范娟惠、叶欣、郑文英、张永中。

铜精矿化学分析方法

第 16 部分:二氧化硅量的测定

氟硅酸钾滴定法和重量法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于铜精矿中二氧化硅含量的测定。方法 1 的测定范围为 0.50%~32.00%;方法 2 的测定范围为 0.50%~40.00%。

注:本部分方法 2 为仲裁方法。

2 方法 1 氟硅酸钾滴定法

2.1 方法提要

试料用碱熔融,用热水浸取,酸化后,在强酸性溶液中,加入氯化钾和氟化钾与硅酸根形成氟硅酸钾沉淀,氟硅酸钾在热水中水解,析出等物质量的氢氟酸,以酚酞作指示剂,氢氧化钠标准滴定溶液滴定,根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积计算二氧化硅的质量分数。

2.2 试剂

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去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 氢氧化钠。

2.2.2 氢氧化钾。

2.2.3 过氧化钠。

2.2.4 氯化钾。

2.2.5 邻苯二甲酸氢钾,基准试剂,使用前于 105 °C~110 °C 烘干 2 h。

2.2.6 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.7 盐酸(1+1)。

2.2.8 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.9 氟化钾溶液(200 g/L):称取 100 g 氟化钾溶于 300 mL 水中,加入 100 mL 硝酸(2.2.8),用水稀释至 500 mL,加入氯化钾(2.2.4)至饱和,混匀,30 min 后干过滤于塑料瓶中备用。

2.2.10 洗涤液:称取 250 g 氯化钾(2.2.4)溶于 3 000 mL 水中,加入 1 000 mL 乙醇,用水稀释至 5 000 mL,混匀,加入 1 mL 酚酞乙醇溶液(2.2.15),用氢氧化钠溶液(2.2.14)中和至溶液呈微红色。

2.2.11 氯化钾-乙醇溶液:称取 5 g 氯化钾(2.2.4)溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 乙醇,混匀。

2.2.12 酒石酸钾钠溶液(10 g/L):称取 10 g 酒石酸钾钠溶于 1 L 水中,煮沸后加入 5 滴酚酞乙醇溶液(2.2.15),用氢氧化钠溶液(2.2.14)中和至溶液呈微红色。

2.2.13 氢氧化钠标准滴定溶液($c_{\text{NaOH}}=0.1$ mol/L)。

2.2.13.1 配制:

2.2.13.1.1 称取 110 g 氢氧化钠(2.2.1)溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,混匀,注入聚乙烯容器中,密闭放置至溶液清亮。