

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 349.4—2010
部分代替 YS/T 349—1994

硫化钴精矿化学分析方法 第 4 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾容量法

Methods for chemical analysis of cobalt sulfide concentrate—
Part 4: Determination of silicon dioxide—
Potassium silicofluoride capacity method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

前 言

YS/T 349《硫化钴精矿化学分析方法》共分为 4 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾容量法。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 349—1994《钴钨精矿化学分析方法》中硅量的测定部分，与 YS/T 349—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 测定范围规定为：1%~25%；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人：张发志、于乾勇、杨秀萍、田卫、林秀英、高颖剑、刘红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 394—1994；
- YB 825—1975。

硫化钴精矿化学分析方法

第 4 部分：二氧化硅量的测定

氟硅酸钾容量法

1 范围

YS/T 349 的本部分规定了硫化钴精矿中二氧化硅量的测定方法。
本部分适用于硫化钴精矿中二氧化硅量的测定。测定范围：1%~25%。

2 方法提要

试料经碱熔,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离子形成氟硅酸钾沉淀。氟硅酸钾在热水中水解,析出等物质的量的氢氟酸,以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

3 试剂

如无特殊说明,所用试剂均为分析纯试剂,所用水为一次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 氢氧化钾。
- 3.2 氯化钾。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 氯化钾洗液(50 g/L)。
- 3.5 氟化钾溶液(300 g/L)。
- 3.6 酚酞指示剂(10 g/L)。
- 3.7 氯化钾-乙醇溶液:称取 5 g 氯化钾溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 乙醇混匀。
- 3.8 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L):称取 4 g 氢氧化钠溶于预先煮沸过的冷水中,待溶解完全后稀释至 1 L。

标定:称取三份 0.600 g(精确至 0.000 1 g)预先在 100 °C~105 °C 烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 200 mL 不含二氧化碳的水(煮沸过)溶解,加入 5 滴酚酞指示剂(3.6),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.8)滴定至微红色为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定系数:

$$F_s = \frac{m_1 \times 60.08}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- F_s —— 滴定系数,与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液相当的二氧化硅的质量,单位为克每毫升(g/mL);
- m_1 —— 邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);
- V_1 —— 标定时,滴定邻苯二甲酸氢钾溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);