

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.3—2008
代替 YS/T 509.3—2006

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of spodumene and lepidolite concentrates—
Determination of silicon dioxide content—
Gravimetric-molybdenum blue photometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

前 言

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锂、氧化钠和氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：氧化铷和氧化铯量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 5 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 络合滴定法；邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 6 部分：五氧化二磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：氧化铍量的测定 铬天青 S-CTMAB 分光光度法；
- 第 8 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：一氧化锰量的测定 过硫酸盐氧化分光光度法；
- 第 11 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 509.3—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 重量-钼蓝光度法测定二氧化硅量》（原 GB/T 3885.3—1983）。

本部分与 YS/T 509.3—2006 相比主要有如下变动：

- 将 6.4.7 中“干燥灰化”改为“在电炉上灰化后”；
- 对文本格式进行了重新编辑；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由新疆锂盐厂负责起草。

本部分参加起草单位：宜春钽铌矿、新疆有色金属研究所。

本部分主要起草人：孙涛、夏淑芬、吕明辉、汪明礼、刘文生。

本部分主要验证人：江小鹏、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3885.3—1983、YS/T 509.3—2006。

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法

二氧化硅量的测定

重量-钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了锂辉石、锂云母精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于锂辉石、锂云母精矿中二氧化硅含量的测定。测定范围： $>50\%$ 。

2 方法提要

试料用氢氧化钾-氢氧化钠混合熔剂分解，用水浸出，盐酸酸化，加入聚环氧乙烷作凝聚剂，用重量法-钼蓝光度法测定二氧化硅量。

锂云母精矿需加硼酸以消除氟的干扰。

3 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与其纯度相当的水。

- 3.1 氢氧化钾(优级纯)。
- 3.2 氢氧化钠(优级纯)。
- 3.3 无水乙醇。
- 3.4 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。
- 3.5 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 盐酸(1+49)。
- 3.8 硫酸(1+1)。
- 3.9 硫酸(3+97)。
- 3.10 钼酸铵溶液(20 g/L)。
- 3.11 硝酸银溶液(1 g/L)。
- 3.12 硼酸饱和溶液。
- 3.13 对硝基酚溶液(1 g/L)。
- 3.14 氢氧化钾溶液(100 g/L)。
- 3.15 聚环氧乙烷溶液：称取 0.25 g 聚环氧乙烷溶于 250 mL 水中，如混浊加入 1 滴盐酸(3.6)，移入塑料瓶中保存(可稳定两周左右)。
- 3.16 还原溶液
 - 3.16.1 溶解 0.7 g 无水亚硫酸钠于 30 mL 水中，加入 0.15 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸，使其溶解。
 - 3.16.2 溶解 9 g 亚硫酸氢钠于 70 mL 水中。
 - 3.16.3 将溶液(3.16.1 和 3.16.2)混匀，装入塑料瓶中，避光保存。
- 3.17 二氧化硅标准溶液：称取 0.100 0 g 预先在 1 000℃灼烧 1 h 并冷至室温的二氧化硅(99.9%以上)，置于预先盛有 1 g 无水碳酸钠的 30 mL 铂坩埚中，加入 3 g 无水碳酸钠，在 950℃~1 000℃高温炉中熔融至熔体为亮红色并清澈透明，取下，冷却。用滤纸擦净坩埚外壁。将坩埚置于预先盛有 100 mL 热水的塑料杯中，浸出，用热水洗出坩埚，溶液冷至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混