

中华人民共和国国家标准

锰铁及高炉锰铁化学分析方法
高氯酸脱水重量法测定硅量UDC 669.1574
:543.06

GB 7730.2-87

Methods for chemical analysis of ferromanganese
and blast furnace ferromanganese
The perchloric acid dehydration-gravimetric
method for the determination of silicon content

本标准适用于锰铁及高炉锰铁中硅量的测定。测定范围:0.10%~5.00%。

本标准遵守 GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硝酸、盐酸溶解,以高氯酸蒸发冒烟使硅酸脱水。经过滤洗涤后,将沉淀于1100℃灼烧至恒量,加氢氟酸使硅成四氟化硅挥发除去,再灼烧至恒量,由氢氟酸处理前后的质量差,计算硅的百分含量。

2 试剂

- 2.1 碳酸钠,无水。
- 2.2 硝酸(1+1)。
- 2.3 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。
- 2.4 盐酸(1+2)。
- 2.5 盐酸(1+10)。
- 2.6 高氯酸($\rho=1.67\text{g/mL}$)。
- 2.7 硫酸(1+3)。
- 2.8 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)。
- 2.9 过氧化氢(1+9)。
- 2.10 硫氰酸铵溶液(5%)。
- 2.11 硝酸银溶液(1%)。

3 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取3.0000g试样(含硅量在1%以上时,称取1.0000g试样)。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

中华人民共和国冶金工业部1987-03-31批准

1988-03-01实施

GB 7730.2-87

4.3 测定

4.3.1 易溶试样

4.3.1.1 将试样(4.1)置于300 mL烧杯中,盖上表皿,加入20 mL硝酸(2.2),5~10 mL盐酸(2.3),置于电热板或低温电炉上缓慢加热至试样分解,加入30 mL高氯酸(2.6)[称取1.000 0 g试样时,加入20 mL高氯酸(2.6)],继续加热蒸发至冒高氯酸白烟后并加热使高氯酸蒸气在烧杯内约回流20 min,取下,冷却。

4.3.1.2 加约100 mL热水,边搅拌边加入过氧化氢(2.9),使二氧化锰溶解,同时溶解可溶性盐类。

4.3.1.3 趁热用加有少许定量滤纸浆的中速定量滤纸过滤,将沉淀移入滤纸上,用擦棒仔细擦洗玻璃棒和杯壁,用热盐酸(2.5)洗净烧杯内壁及玻璃棒,洗涤沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(2.10)检查],然后用热水洗至无氯离子[用硝酸银溶液(2.11)检查]。

4.3.1.4 将沉淀连同滤纸(4.3.1.3)置于铂坩埚中,干燥后,缓慢加热至滤纸炭化后,小心灰化,在1100℃高温炉中灼烧30 min,取出,稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量并反复灼烧至恒量。

4.3.1.5 向铂坩埚中的残渣加入数滴硫酸溶液(2.7),使之湿润,再加5 mL氢氟酸(2.8),置于电热板或低温电炉上蒸发至冒尽硫酸白烟。将铂坩埚置于1100℃高温炉中灼烧30 min,取出,稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量并反复灼烧至恒量。

4.3.2 难溶试样

4.3.2.1 将试样(4.1)先按4.3.1.1~4.3.1.3进行。将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中灰化,冷却后,加3g碳酸钠(2.1)于900℃高温炉中熔融约30 min,取出,冷却,将铂坩埚置于预先放有30 mL盐酸(2.4)的原烧杯中,溶解熔融物,用水洗净铂坩埚并取出。加入25 mL高氯酸(2.6),盖上表皿,留有缝隙,于电热板或低温电炉上加热蒸发至冒高氯酸白烟(约回流20 min)取下,冷却。

4.3.2.2 加约100 mL热水溶解可溶性盐类,立即用加有少许定量滤纸浆的中速定量滤纸过滤,用热盐酸(2.5)洗涤至无铁离子反应,再用热水洗去酸,保留滤纸及沉淀。

4.3.2.3 将滤液及洗液(4.3.2.2)移入500 mL烧杯中,加热蒸发至冒高氯酸白烟约回流15 min,再按4.3.2.2进行。将二次所得沉淀连同滤纸按4.3.1.4~4.3.1.5进行。

5 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——氢氟酸处理前铂坩埚和沉淀的质量,g;

m_2 ——氢氟酸处理后铂坩埚和沉淀的质量,g;

m_3 ——氢氟酸处理前随同试样的空白和铂坩埚的质量,g;

m_4 ——氢氟酸处理后随同试样的空白和铂坩埚的质量,g;

m ——试样量,g;

0.4674——二氧化硅换算为硅的换算因数。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列的允许差。

GB 7730.2—87

		%
硅 量	允 许 差	
≤1.00	0.05	
>1.00~2.00	0.07	
>2.00~4.00	0.10	
>4.00~5.00	0.13	

附加说明:

本标准由新余钢铁厂负责起草。

本标准主要起草人吴方诚、夏优文。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 80—65《锰铁及高炉锰铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7730.2—87 I