

中华人民共和国国家标准

UDC 669.74' 782  
: 543.21  
: 546.28  
GB 5686.2-85

# 锰硅合金化学分析方法

## 重量法测定硅量

Methods for chemical analysis of silicomanganese alloy  
The gravimetric method for the determination of silicon content

本标准适用于锰硅合金中硅量的测定。测定范围：8.00~30.00%。

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》。

本标准等效采用国际标准ISO 4158-1978《硅铁，硅锰铁和硅铬铁—硅量的测定—重量法》。

### 1 方法提要

试样用过氧化钠氧化熔融，使硅转变成硅酸盐，用酸浸取。

在高氯酸介质中蒸发，使硅酸盐两次脱水，称量其不纯的二氧化硅。

用氢氟酸-硫酸两次挥发二氧化硅，称量其残渣，由差减测定纯二氧化硅。

### 2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 碳酸钠(无水)。
- 2.3 氢氧化铵( $\rho$  0.90 g/ml)。
- 2.4 高氯酸( $\rho$  1.61 g/ml)\*。
- 2.5 氢氟酸( $\rho$  1.14 g/ml)。
- 2.6 盐酸( $\rho$  1.19 g/ml)。
- 2.7 盐酸(1+9)。
- 2.8 硫酸( $\rho$  1.84 g/ml)。
- 2.9 硫酸(1+1)。
- 2.10 硝酸银溶液(1%)。

### 3 仪器

- 3.1 坩埚，容积40 ml，无硅的铁坩埚、镍坩埚或锆坩埚。
- 3.2 烧杯，用于溶解熔融物，由聚四乙烯，不锈钢或高纯镍制。
- 3.3 铂皿，容积40 ml。
- 3.4 有棱构的玻璃漏斗，直径75 mm。

### 4 试样

试样应通过0.125 mm筛孔。

### 5 分析步骤

\* 当加热高氯酸至冒烟时，须注意防止发生危险。

## GB 5686.2-85

## 5.1 试样量

称取1.0000g试样。

## 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

## 5.3 测定

**5.3.1** 将试样(5.1)置于盛有10~12g过氧化钠(2.1)的坩埚中(3.1),仔细混匀,为防止试样损失,以3g过氧化钠(2.1)或3g碳酸钠(2.2)覆盖。将盛有试样及溶剂的坩埚置于350~400℃电热板上,加热至熔融物变黑,用坩埚钳夹住坩埚在火焰上旋动坩埚,为避免爆燃先缓慢加热,然后再加热至完全熔融,并使熔融产物在红热状态保持5min。将坩埚放冷。

**5.3.2** 将坩埚放入盛有200ml水的烧杯(3.2)中,盖上表皿,待无气泡后,取出坩埚并用热水洗净,收集洗液入同一烧杯中,将碱性溶液移入盛有30ml盐酸(2.6)的600ml烧杯内,搅匀溶液,待盐类溶解后,加入100ml高氯酸(2.4)。

**5.3.3** 将烧杯置于高温电热板上至放出高氯酸白烟,继续加热至发烟的残渣开始结晶并呈现粘稠状,取下放冷,沿烧杯内壁缓慢加入20ml盐酸(2.6)和数毫升热水浸取,搅拌并用250ml沸水稀释,搅匀并静置。

**5.3.4** 将二氧化硅过滤于有棱沟的玻璃漏斗(3.4)中的12.5cm普通定量滤纸上。保留滤液,用擦棒和温水擦洗烧杯,用温盐酸(2.7)洗涤滤纸,直至无铁盐的黄色,最后用热水洗涤数次至无氯离子存在〔用硝酸银溶液(2.10)作点滴试验检查〕。滤纸必须充分洗净,以除去在灼烧时能引起燃烧的痕量高氯酸。

将滤液及洗液移入最初脱水用的烧杯中。蒸发至溶液体积约250ml。加入20ml高氯酸(2.4),以下按5.3.3款进行第二次脱水和浸取。再按5.3.4款用新滤纸过滤和洗涤沉淀,但最后洗涤是用冷水代替热水。

**5.3.5** 将含有二氧化硅沉淀物的两张滤纸置于铂皿(3.3)中。加入4滴氢氧化铵(2.3)于滤纸上\*,最初在不超过400℃的高温炉中干燥并灼烧。放冷。加入1ml硫酸(2.9)蒸发至干且无硫酸烟放出,然后在1100℃灼烧至恒量,置于干燥器中冷却,称量盛有不纯二氧化硅的铂皿。

**5.3.6** 用数滴水润湿不纯的二氧化硅。加入约10ml氢氟酸(2.5)和2~3滴硫酸(2.8),蒸发至干,且无硫酸烟放出。在同样条件下进行第二次挥发,但用2ml氢氟酸。

在1100℃高温炉中灼烧至恒量,置于干燥器中冷却,称量盛有杂质的铂皿。

## 6 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m_0} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——5.3.5款测得的不纯的二氧化硅和铂皿的质量, g;

$m_2$ ——5.3.6款测得的杂质和铂皿的质量, g;

$m_3$ ——空白试验中测得的不纯的二氧化硅和铂皿的质量, g;

$m_4$ ——空白试验中测得的杂质和铂皿的质量, g;

$m_0$ ——试样量, g;

0.4674——二氧化硅换算为硅的换算因数。

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

\* 为减少高氯酸盐挥发时从铂皿中溅出少量二氧化硅的危险。

## GB 5686.2-85

%	
硅 量	允 许 差
8 ~ 15	0.20
15 ~ 30	0.30

## 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由南京铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 Y B 79-65《硅锰合金化学分析方法》作废。