

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法 钼蓝光度法测定硅量

UDC 669.15'27
·543.06
GB 7731.5—87

Methods for chemical analysis of ferrotungsten

The molybdenum blue photometric method
for the determination of silicon content

本标准适用于钨铁中硅量的测定。测定范围小于1.10%。

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

试样以草酸和过氧化氢分解，以高锰酸钾氧化钨成钨酸，过滤。在滤液中加入钼酸铵和硫酸亚铁铵，使之反应生成硅钼蓝，测量其吸光度。

2 试剂

以下试剂除高锰酸钾溶液(10%)外，均采用聚乙烯容器保存。

- 2.1 草酸(固体)。
- 2.2 氢氟酸：量取87mL 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)，以水稀释至1 000mL。
- 2.3 硫酸(1+6)。
- 2.4 过氧化氢(市售30%)。
- 2.5 过氧化氢(1+9)。
- 2.6 高锰酸钾溶液(10%)。
- 2.7 钼酸铵溶液：称取106g 钼酸铵[(NH_4)₆ $\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]以温水溶解，冷却后，用水稀释至1 000mL，混匀。使用时用中速滤纸过滤后使用。
- 2.8 硫酸亚铁铵溶液：称取300g 硫酸亚铁铵[$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]以500mL 水溶解，加入200mL 硫酸(1+1)以水稀释至1 000mL，混匀。
- 2.9 铁溶液(1mg Fe/mL)：称取0.100 0g 纯铁(纯度为99.5%以上)移于铂皿中，加入10mL 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)、12mL 硫酸(1+1)，缓慢加热溶解后，加入10mL 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)，加热蒸发冒硫酸白烟3~5min(硫酸蒸发量在1mL 以内)，冷却后，以水稀释至100mL，混匀。
- 2.10 硅标准溶液(10 $\mu\text{g Si/mL}$)：称取0.214 0g 二氧化硅(纯度99.5%以上)置于铂坩埚中，加入2g 无水碳酸钠，混匀，熔融，冷却后，以水溶解，移入1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，作为母液，使用时准确移取部分母液，以水准确稀释10倍，混匀，作为标准溶液。

3 试样

试样应通过0.088mm 筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

GB 7731. 5—87

当硅含量小于或等于0.2%时,称取0.500 0g 试样。

当硅含量大于0.2%时,称取0.200 0g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于300mL 烧杯中,加入3~4g 草酸(2.1),将20mL 过氧化氢(2.4)分两次加入,盖上表皿,缓慢加热使之分解后,加入17mL 硫酸(2.3),煮沸分解过氧化氢,边加热边加入少量高锰酸钾溶液(2.6),至生成二氧化锰沉淀。冷却,然后滴加过氧化氢(2.4)分解二氧化锰后,煮沸以分解过剩的过氧化氢。溶液在常温下移入100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.3.2 将试液(4.3.1)以双层滤纸干过滤于300mL 烧杯中,移取10.00mL 滤液于100mL 容量瓶中,以水稀释至溶液体积约50mL,加入10mL 铬酸铵溶液(2.7),在沸水浴中加热30s,流水冷却至30℃左右,加入20mL 氢氟酸(2.2),立即边摇动边加入5mL 硫酸亚铁铵溶液(2.8),以水稀释至刻度,混匀。静置约1min。

4.3.3 将部分溶液(4.3.2)移于比色皿中,在波长810nm 处,以水作参比,测量其吸光度。

4.3.4 减去随同试样空白吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0.500、10.00、15.00、20.00、25.00mL 硅标准溶液(2.10),分别置于一组100mL 容量瓶中,各加入10 mL 铁溶液(2.9),以水稀释至溶液体积为50mL 左右,以下按4.3.2款中自“加入10mL 铬酸铵”至4.3.3款进行。减去试剂空白的吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1}{m_0 r} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的硅量,g;

m_0 ——试样量,g;

r ——试液分取比。

6 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。

硅量	允 许 差 %
≤ 0.50	0.03
$>0.50 \sim 1.10$	0.05

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7731. 5—87 I