

中华人民共和国国家标准

钼铁化学分析方法

重量法测定硅量

UDC 669.15'28

:543.21

:546.28

GB 5059.5—86

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

本标准适用于钼铁中硅量的测定。测定范围：小于2.50%。

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

试样以硝酸、盐酸分解，在硫酸介质中蒸发冒白烟，使硅生成不溶性二氧化硅，分离后灼烧至恒量。用硫酸和氢氟酸处理，逸去二氧化硅，灼烧、称量，由二次称量之差测得二氧化硅的质量。

2 试剂

- 2.1 氢氟酸（密度1.15）。
- 2.2 硝酸（1+1）。
- 2.3 盐酸（密度1.19）。
- 2.4 盐酸（1+4）。
- 2.5 盐酸（1+10）。
- 2.6 硫酸（1+1）。

3 仪器

- 3.1 铂坩埚，容量30ml。
- 3.2 高温炉。
- 3.3 干燥器。

4 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

5 分析步骤

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300ml烧杯中，加入20ml硝酸（2.2）、5ml盐酸（2.3），盖上表皿，缓慢加热分解，再加入20ml硫酸（2.6），继续加热，产生浓厚硫酸白烟约15min，放冷。

5.3.2 加入50ml盐酸（2.4），加热溶解可溶性盐类，立即以致密性滤纸过滤，用擦棒将附在烧杯壁上的沉淀移于滤纸上，以温盐酸（2.5）洗涤沉淀及滤纸至无铁离子反应，再以温水洗至无酸性。弃

GB 5059.5—86

去滤液。

5.3.3 将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中,缓慢加热至滤纸灰化,然后置于1100℃的高温炉中灼烧30min,取出稍冷,置于干燥器中,冷至室温后称量,反复灼烧至恒量。

5.3.4 向坩埚(5.3.3)中,滴加2~3滴硫酸(2.6),湿润残渣,加入5ml氢氟酸(2.1),小心加热冒尽硫酸白烟,置于1100℃的高温炉中灼烧15min,取出稍冷,置于干燥器中冷却至室温后,称重,反复灼烧至恒量。

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 ——(5.3.3)款测得不纯二氧化硅和铂坩埚的质量, g;

m_2 ——(5.3.4)款测得残渣和铂坩埚的质量, g;

m_3 ——空白试验中测得不纯二氧化硅和铂坩埚的质量, g;

m_4 ——空白试验中测得杂质和铂坩埚的质量, g;

m_0 ——试样量, g;

0.4674——二氧化硅换算为硅的换算因数。

分析结果表示至小数点后二位。

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。

含 硅 量	允 许 差
<1.00	0.05
>1.00 ~ 2.00	0.08
>2.00 ~ 2.50	0.10

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准YB 580—65《钨铁化学分析方法》作废。