



YS/T514.7-2006

中华人民共和国国家标准

高钛渣、金红石化学分析方法

重量法测定二氧化硅量

UDC 549.514.6
:543.21:546
.28-31
GB 4102.7-83

Methods for chemical analysis of
high-titanium slag and rutile
The gravimetric method for the determination
of silicon dioxide content

调整为:YS/T 514.7-2006

本标准适用于高钛渣、金红石中二氧化硅量的测定。测定范围:1.00~10.00%。

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

试样以碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融,用稀酸浸取,加热使硅酸脱水,经过滤洗涤后于1000℃将沉淀灼烧成二氧化硅。然后用氢氟酸处理,使硅以四氟化硅形式挥发除去。以氢氟酸处理前后的质量差,计算二氧化硅的百分含量。

2 试剂

- 2.1 碳酸钠-过氧化钠混合熔剂:将3份无水碳酸钠与2份过氧化钠混匀。
- 2.2 氢氟酸(比重1.15)。
- 2.3 硝酸(比重1.42)。
- 2.4 盐酸(1+1)。
- 2.5 硫酸(1+1)。
- 2.6 硫酸(1+5)。
- 2.7 过氧化氢(1+9)。
- 2.8 硫氰酸铵溶液(5%)。
- 2.9 洗涤液:移取45ml硫酸(比重1.84)缓缓加入950ml水中,混匀。冷却后加入5ml过氧化氢(2.7),混匀。

3 试样

- 3.1 试样应通过160目筛网。
- 3.2 试样需预先在105~110℃烘2h,置于干燥器中,冷却至室温。

4 分析步骤

- 4.1 测定数量
分析时应称取3份试样进行测定,取其平均值。
- 4.2 试样量
称取0.5000g试样。
- 4.3 空白试验
随同试样做空白试验。

国家标准局1983-12-27发布

1984-12-01实施

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于30ml镍坩埚中,加入4g碳酸钠-过氧化钠混合熔剂(2.1),混匀。表面覆盖1g碳酸钠-过氧化钠混合熔剂(2.1),盖上坩埚盖,并稍留缝隙,置于电炉上烘烤10min,然后移入高温炉中,在750~800℃熔融10~15min,取出,冷却。

4.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁,连同坩埚盖置于盛有50ml盐酸(2.4)及25ml硫酸(2.5)的400ml烧杯中,用热水洗出坩埚及盖,加入2ml硝酸(2.3)及5ml过氧化氢(2.7),盖上表皿,低温加热至冒三氧化硫白烟8~10min,取下,稍冷。

4.4.3 沿烧杯壁缓慢加入200~250ml热水及10ml过氧化氢(2.7),加热溶解盐类至溶液澄清。取下,用热水洗涤表皿,用中速定量滤纸过滤,用擦棒将附在烧杯壁上的沉淀擦净,用热洗涤液(2.9)洗净烧杯并洗涤沉淀至无铁离子反应〔用硫氰酸铵溶液(2.8)检查〕。沉淀再用热水洗涤至洗出液呈中性(用pH试纸检查)。保留沉淀及滤纸。

4.4.4 溶液(4.4.3)在低温浓缩并加热至冒三氧化硫白烟8~10min,取下,稍冷。以下再按4.4.3款进行。

4.4.5 将两次所得的沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,灰化后置于高温炉中,在1000℃灼烧40min,取出,稍冷,置于干燥器中,冷至室温,称量,并反复灼烧至恒重(m_1)。

4.4.6 沿坩埚内壁加入2~3ml硫酸(2.6)及4~5ml氢氟酸(2.2),低温加热至冒尽三氧化硫白烟,置于高温炉中,在1000℃灼烧20min,取出,稍冷,置于干燥器中,冷至室温,称量,并重复灼烧至恒量(m_2)。

5 分析结果的计算

按下式计算二氧化硅的百分含量:

$$\text{SiO}_2 (\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后残渣与铂坩埚的质量, g;

m_3 ——氢氟酸处理前随同试样的空白与铂坩埚的质量, g;

m_4 ——氢氟酸处理后随同试样的空白残渣与铂坩埚的质量, g;

m_0 ——试样量, g。

分析结果表示到小数点后二位。

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。

		%
二 氧 化 硅 量	允 许 差	
1.00 ~ 3.00	0.12	
>3.00 ~ 5.00	0.15	
>5.00 ~ 7.00	0.20	
>7.00 ~ 10.00	0.25	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准由锦州铁合金厂起草。

本标准主要起草人赵金凯、狄凤桐。