

硅锰合金中硅的快速分析

亚艳芝 纪波 吴春亮
(质量计量部) (技术中心)

摘要: 试样用碳酸钠—过氧化钠混合助熔剂熔融,使硅转化成硅酸盐,用盐酸酸化,高氯酸两次冒烟使硅酸脱水。经过洗涤后,将沉淀于 1050—1150℃ 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,根据氢氟酸处理前后的质量差,计算硅的百分含量。

关键词: 硅锰合金 重量法

1 前言

硅锰合金是炼钢生产的重要辅料之一,在炼钢过程中硅锰合金常作为脱硫剂、脱氧剂和合金元素的添加剂而特意加入钢液中。

关于硅的分析方法,目前我部主要采用的是 GB5686.2-88 国家标准分析方法,但随着公司生产规模的大幅度壮大,硅锰合金用量也在增加,国标方法操作繁琐、费时导致分析结果不能及时报出而影响炼钢生产的缺点就越来越明显;而其它方法如硅氟酸钾沉淀酸碱滴定法、钼蓝分光光度法等由于准确性方面的原因不采用。本方法在国标方法的基础上进行改进,在保证准确性的前提下,提高分析速度。

2 试剂

- 2.1 混合助熔剂:1 份碳酸钠与 2 份过氧化钠混匀后,使用。
- 2.2 盐酸(ρ 1.19g/mL)。
- 2.3 盐酸(1+1)。
- 2.4 盐酸(5+95)。
- 2.5 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。
- 2.6 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)。
- 2.7 硫酸(1+1)。

2.8 硝酸银(2%)。

2.9 氢氧化铵(ρ 0.90g/mL)。

3 试验方法

3.1 试样要求:试样应通过 120 目筛网。

3.2 试样量:称取 0.2000g 试样

3.3 空白试验:随同试样做空白试验。

2.4 分析过程

(1) 将试样(2.2)置于预先盛有 8g 混合助溶剂(1.1)的铁(镍)坩中,搅拌均匀,再覆盖 2g,将坩置于低温电热板上,盖上坩盖,加热焙烘至助熔剂焦黄。于 850—900℃ 高温炉或喷灯上熔融,直至完全熔清,继续熔融 2min,冷却。用水冲洗洗净坩外壁后,放入 250mL 塑料杯中,加 100mL 的热水,盖上表面皿,待反应停止后,以热水用擦棒擦洗坩及坩盖并取出。将浸出溶液缓慢移入盛有 35mL 盐酸(1.2)的 600mL 玻璃烧杯中,用水洗净塑料烧杯及表皿,洗液并入玻璃烧杯中,搅拌至溶液澄清。

(2) 加入 80mL 高氯酸(1.5),盖上表面皿,留有空隙,置于电热板或低温电炉上,加热冒高氯酸白烟(约回留 20min)直至残留物呈糊状,取下,冷却。沿杯壁加入 20mL 盐酸(1.3),用少许热水

发展,同时对路由器技术性能的要求也会越来越高。在这里我们对路由器的网络技术进行一个较为全面的介绍,对路由器的网络技术有了一定的了解,希望对我们公司信息化网络的管理维护有一定的借鉴作用。

参考文献

- [1]徐锋、杨锦川等,攻克网络,重庆出版社,2002 年 1 月。
- [2]韩东海、王超、李群等,网络入侵检测剖析,清华大学出版社,2002 年 5 月。

冲洗表皿及杯壁,加入 100mL 热水(80℃ 以上),搅拌使盐类溶解。

(3) 趁热用中速滤纸过滤于 600mL 的烧杯中,将沉淀移入滤纸上,用擦棒仔细擦洗玻璃棒及杯壁,用热盐酸(1.4)洗净烧杯及玻璃棒,洗涤沉淀至无铁(镍)离子(约洗 5-6 次),然后热水洗至无氯离子[用硝酸银(1.8)检验]。保留滤纸及沉淀。

(4) 将沉淀连同滤纸(2.4.3),置于铂坩中,加 4 滴氢氧化铵(1.9),在约 150℃ 烘箱烘至近干。在 500-600℃ 处小心加热使滤纸炭化口逐渐升温至碳完全氧化口加盖,将其置于 1100-1150℃ 高温炉中灼烧 30min,取出稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称其重量,并反复灼烧恒量(m_1)。

(5) 将不纯的二氧化硅用数滴水润湿,加入 4 滴硫酸(1.7)、6mL 氢氟酸(1.6),置于电热板或低温电炉上,蒸发至冒硫酸烟,稍冷,再加入 4mL

氢氟酸(1.6),继续加热蒸发至冒尽硫酸烟。将坩置于 950℃ 高温炉中灼烧 30min,取出稍冷,放入干燥器中,冷至室温称量,并反复灼烧至恒量(m_2)。

(6) 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4675}{m} \times 100$$

式中: m —氢氟酸处理前铂坩与沉淀的质量,g;

m_2 —氢氟酸处理后铂坩与残渣的质量,g;

m_3 —氢氟酸处理前随同试样的空白和铂坩的质量,g;

m_4 —氢氟酸处理后随同试样的空白的残渣和铂坩的质量,g;

m —试样量,g;

0.4675—二氧化硅换算为硅的换算因算。

表 1 硅锰合金

编号	标准值	国标方法	快速方法
GBW01427	19.34		19.42
BH0311-5	14.42		14.30
BH0311-4	18.56		18.40
1#	19.00	8.82	
2#		17.67	17.44
3#		18.30	18.25
4#		15.54	15.75
5#		18.21	17.91
6#		17.09	16.83
7#		20.66	20.45
8#		19.31	19.12
9#		19.89	19.68
10#		18.63	18.61

4 结果与讨论

(1) 用本方法测定的三组标样和十组生产样分析结果及与国标方法分析结果对比见表 1。

(2) 从表 1 分析来看,本方法分析结果同国标方法误差普遍在 0.2 左右,符合误差要求。

5 结论

本方法同国家标准方法比较,具有操作简单,快速而且能够保证准确性特点,能够缩短分析周期 1-1.5 个工作日,满足炼钢生产要求。