

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
重量法测定硅量

UDC 622.341.1
543.06

GB 6730.10—86

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

代替 GB 1364—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中硅量的测定。测定范围：1.50～25.00 %。
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

试样用盐酸分解，过滤，灼烧；残渣用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融，稀盐酸浸取，与主液合并。加高氯酸冒烟，使硅酸脱水，过滤，灼烧，用盐酸-乙醇除硼，再灼烧，恒量，用氢氟酸挥发除硅，由前后两次重量差求得纯二氧化硅量。计算硅的百分含量。

2 试剂

- 2.1 混合熔剂：取四份无水碳酸钠与一份硼酸研细混匀。
- 2.2 盐酸 (ρ 1.19 g/ml)。
- 2.3 盐酸 (1 + 1)。
- 2.4 盐酸 (5 + 95)。
- 2.5 高氯酸 (ρ 1.67 g/ml)。
- 2.6 氢氟酸 (ρ 1.15 g/ml)。
- 2.7 硫酸 (1 + 1)。
- 2.8 无水乙醇。
- 2.9 硫氰酸铵 (5 %)。
- 2.10 硝酸银 (1 %)。

3 试样

- 3.1 一般试样粒度应小于100 μm ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160 μm 。
- 3.2 预干燥不影响试样组成者，应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2～4次测定。

4.2 试样量

称取0.5000 g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

将试样（4.2），置于250ml烧杯中，加20~30ml盐酸（2.2），低温加热分解。加50ml热水，煮沸，用定量滤纸过滤，滤液收集在250~300ml烧杯中，用擦棒擦净烧杯，用热水洗净烧杯并洗滤纸及沉淀3~4次，滤液和洗液作为主液保存。

注：分解含氟试样时，所用的20~30ml盐酸（2.2）中，应预先溶有0.2g铝片。

将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在800℃左右灼烧10~20min。加入3~4g混合熔剂（2.1），混匀，在950℃左右熔融10~15min。冷却，放入烧杯中，用50~60ml热盐酸（2.3）浸取，用热水洗出铂坩埚，将浸取液与主液合并。

4.5.2 脱水，称量

将合并后的溶液蒸发至体积为20~30ml，加15~20ml高氯酸^①（2.5），加热至高氯酸冒浓厚白烟10~15min，取下稍冷，加10ml盐酸（2.2）、100ml热水^②，搅拌，使盐类溶解。用中速定量滤纸加适量纸浆过滤，用热盐酸^③（2.4）洗净烧杯，并洗沉淀至无铁离子〔用硫氰酸铵（2.9）检查〕。然后用热水洗至无氯离子〔用硝酸银（2.10）检查〕。将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中。滤液加热蒸发至冒高氯酸浓烟10~15min，稍冷，以下按上述操作重复进行一次。然后将两次沉淀连同滤纸合并，灰化，在约700℃灼烧15~20min，取出稍冷，加1ml盐酸（2.2）、1ml无水乙醇（2.8），低温蒸干，并重复一次。然后于1000℃灼烧40min，取出，置于干燥器中冷至室温，称量，并灼烧至恒量。然后将不纯的二氧化硅用水润湿，加4滴硫酸（2.7）、2ml氢氟酸（2.6），蒸至冒尽三氧化硫白烟，并重复一次。于1000℃灼烧10min，取出，置于干燥器中冷至室温，称量，并灼烧至恒量。

注：1 分析钨钼铁矿时，在加高氯酸（2.5）前应加入5~10ml硫酸（2.7），以防止钨水解。

2 含钼试样加50ml盐酸（2.3），加热溶解盐类。

3 含钼试样用热盐酸（1+4）洗涤。

5 分析结果的计算

5.1 按式（1）计算硅的百分含量：

$$Si(\%) = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m} \times 0.4674 \times K \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 —— 称散前不纯二氧化硅和铂坩埚的质量，g；

m_2 —— 称散后残留物和铂坩埚的质量，g；

m_3 —— 随同试样空白的质量，g；

m —— 试样量，g；

0.4674 —— 二氧化硅换算为硅的系数；

K —— 由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预先干燥试样则 $K = 1$ ）， A 是按照 GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表1所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表1所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析

结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录A的规定，进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算：

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第四位，并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

6 允许差

表 1

%

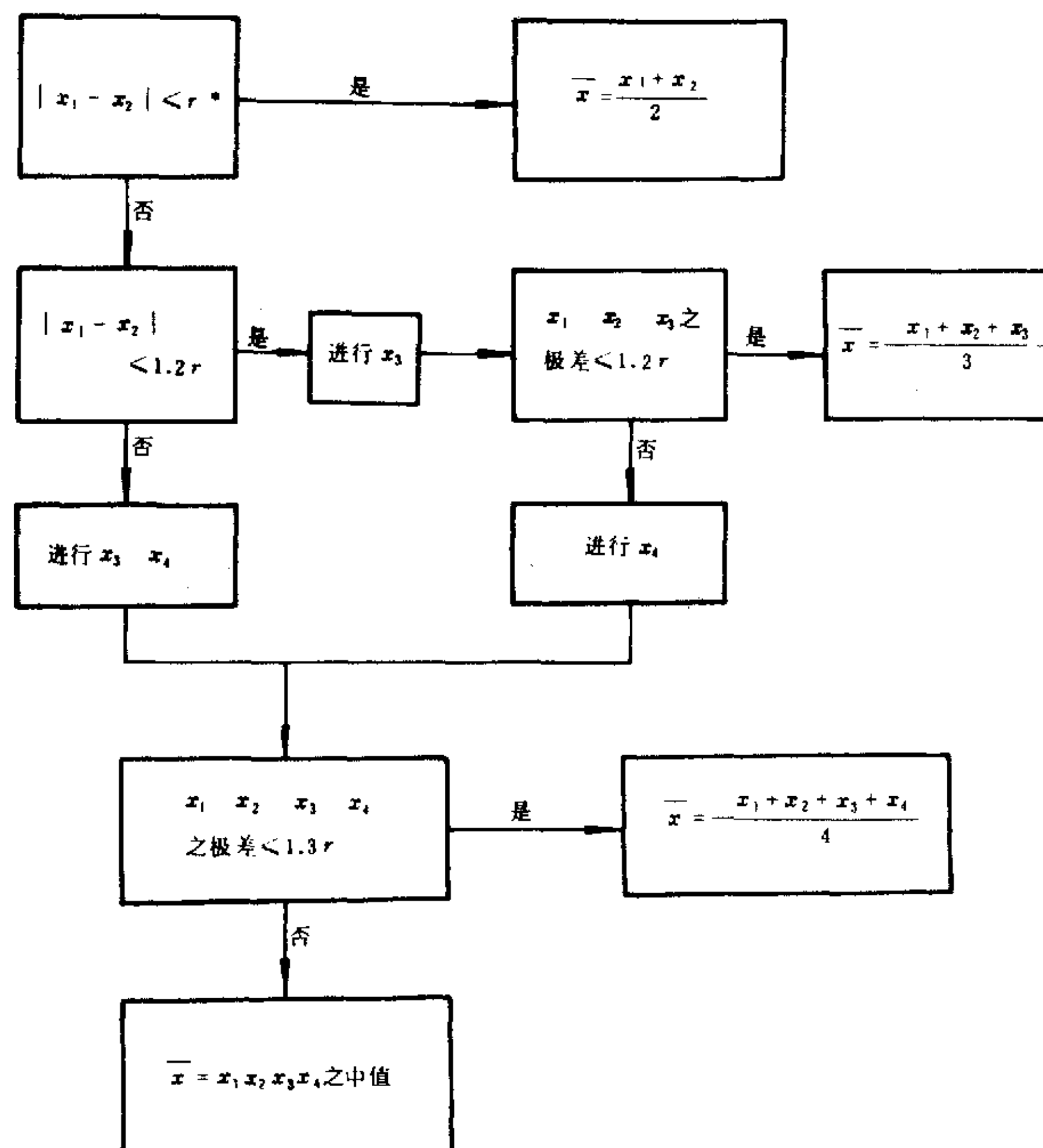
硅 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
1.50 ~ 2.50	± 0.05	0.07
> 2.50 ~ 5.00	± 0.07	0.10
5.00 ~ 10.00	± 0.09	0.13
10.00 ~ 15.00	± 0.11	0.16
15.00	± 0.14	0.20

7 氧化物系数

按式(2)计算二氧化硅百分含量：

$$\text{SiO}_2 (\%) = 2.139 \times \text{Si} (\%) \quad \cdots \cdots (2)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由重庆钢铁公司钢研所起草。

本标准主要起草人郑波、刘碧华。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准 YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中二氧化硅的测定作废。

*r 即表 1 中所列允许差。