

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 547.2—2014

代替 YB/T547.2-1995

钒渣 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水重量法

Vanadium slag—Determination of silicon dioxide content—Perchloric acid
dehydration gravimetric method

2014 - 05 - 06 发布

2014 - 10 - 01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 的规则进行起草。

YB/T 547 共分为 4 部分：

- 第 1 部分：钒渣 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：钒渣 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：钒渣 氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：钒渣 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法。

本部分为 YB/T 547 的第 2 部分。

本部分代替 YB/T 547.2—1995 《钒渣化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定二氧化硅量》。

本部分与 YB/T 547.2—1995 相比较，主要进行了如下修改：

- 将标准名称修改为《钒渣 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水重量法》；
- 增加了警告、规范性引用文件、试验报告等章节及内容；
- 试液酸化时加入硫酸，防止钛水解；
- 删除了第一次沉淀灼烧后用硫酸除杂质的操作。

本部分的附录 A 为规范性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会（SAC/TC318）归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：杨新能、李小青、周开著、张洪、郑小敏、杨平、叶云良、郭锦辉、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YB/T 547.2—1995；
- YB/T 547—1967。

钒渣 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水重量法

警告：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量。

本部分适用于钒渣中二氧化硅含量的测定，测定范围（质量分数）：10.00%~45.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YB/T 008 钒渣

3 原理

试料用过氧化钠熔融，熔融物以热水浸取后，用盐酸、硫酸酸化，加入高氯酸冒烟，使硅成为不溶性硅酸。沉淀经过灼烧至恒量后，用氢氟酸使硅挥发除去，再灼烧至恒量，根据氢氟酸处理前后质量之差，计算试样中二氧化硅的含量。

4 试剂

安全警示：

- 1) 使用氢氟酸时需特别小心，最好戴医用手套，操作后必须立即洗手，以防止造成意外烧伤。
- 2) 使用高氯酸时不能带手套，使用高氯酸的通风柜应定期进行清洗。浓高氯酸（70%~72%）应存放在远离有机物及还原物质的地方，以防止相互接触后发生剧烈爆炸。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠。

4.2 高氯酸， ρ 1.67 g/mL。

4.3 氢氟酸， ρ 1.15 g/mL。

4.4 盐酸，1+1。

4.5 盐酸，5+95。

4.6 硫酸，1+1。

4.7 硫氰酸铵溶液，50 g/L。

4.8 硝酸银溶液，10 g/L。

5 试样

5.1 分析用试样应按 YB/T 008 进行取样和制备，试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

5.2 分析用试样在 105 °C ±5 °C 温度下干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 试样，准确至 0.1 mg。

6.2 测定次数

同一试样，至少独立测定 2 次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

6.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

6.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

6.5 测定

6.5.1 试料分解

6.5.1.1 将试料（6.1）置于预先盛有 3 g~4 g 过氧化钠（4.1）的镍坩埚中，混匀，再覆盖 2 g 过氧化钠（4.1）。置于 480 °C~500 °C 高温炉中烧结约 10 min，然后升温至 700 °C 熔融 10 min~15 min，取出冷却。将坩埚放入盛有 100 mL 热水的 300 mL 聚四氟乙烯烧杯内，直至熔融物浸取完毕，以水和少量盐酸（4.4）洗净坩埚。

6.5.1.2 将浸取试液转移至已盛有 80 mL 盐酸（4.4）、5 mL 硫酸（4.6）的 500 mL 玻璃烧杯中，用水洗净原聚四氟乙烯烧杯，搅拌至溶液清亮。

6.5.2 硅酸的凝聚

6.5.2.1 向试液（6.5.1.2）加入 40 mL 高氯酸（4.2），盖上表面皿，并留有缝隙，加热冒高氯酸烟，直至残留物呈糊状，取下冷却。用热水冲洗表面皿，加入 20 mL 盐酸（4.4），加入 100 mL 沸水，搅拌使盐类溶解。

6.5.2.2 趁热用盛有少许定量滤纸浆的中速定量滤纸过滤，同时将沉淀转移到滤纸上，用带橡皮头的擦棒擦拭杯壁，再用热盐酸（4.5）洗净烧杯，洗沉淀，用硫氰酸铵溶液（4.7）检查至无铁离子，然后用热水洗，用硝酸银溶液（4.8）检查无氯离子。

6.5.2.3 向滤液中加 20 mL 高氯酸（4.2），按 6.5.2.1~6.5.2.2 冒烟脱水操作，过滤、洗净，回收滤液中硅。

6.5.3 沉淀的灼烧、称重和处理

6.5.3.1 将两次所得的沉淀及滤纸移入铂坩埚内，缓慢加热使滤纸干燥、灰化，在 1000 °C~1050 °C 高温炉中灼烧 40 min，冷却至室温，并反复灼烧至恒量（ m_1 ）。

6.5.3.2 向灼烧沉淀中加入 2 mL 硫酸（4.6），3 mL 氢氟酸（4.3），加热蒸发至冒硫酸烟，取下冷却，再加入 5 mL 氢氟酸（4.3），继续加热至冒尽硫酸烟。

6.5.3.3 取下，置于 1000 °C 的高温炉内灼烧约 15 min，取出置于干燥器内，冷却至室温，并反复灼烧至恒量（ m_2 ）。

7 结果计算

7.1 二氧化硅含量的计算

按式(1)计算试样中二氧化硅含量 W_{SiO_2} （质量分数），数值以%表示：

$$W_{SiO} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \text{ (.....)} \quad (1)$$

式中:

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量, 单位为克 (g);

m_2 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量, 单位为克 (g);

m_3 ——氢氟酸处理前随同试料的空白与铂坩埚的质量, 单位为克 (g);

m_4 ——氢氟酸处理后随同试料的空白与铂坩埚的质量, 单位为克 (g);

m ——试料量, 单位为克 (g)。

7.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表 1 规定的试验室内允许差, 则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 1 规定的试验室内允许差, 则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约, 表示至小数后两位数字。

8 允许差

分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差

% (质量分数)

含量范围	允许差	
	试验室内允许差	试验室间允许差
10.00~15.00	0.20	0.25
>15.00~20.00	0.25	0.30
>20.00~30.00	0.30	0.35
>30.00~45.00	0.35	0.40

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作, 或者任选的操作。

附录 A
 (规范性附录)
 试样分析结果接受程序流程图

