



中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.2—2008

代替 GB/T 5686.2—1985、GB/T 7730.2—2002、GB/T 8654.3~8654.4—1988

锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硅含量的测定 钼蓝光度法、氟硅酸钾 滴定法和高氯酸重量法

Ferromanganese, ferromanganese-silicon, nitrogen-bearing ferromanganese and manganese metal—Determination of silicon content—Molybdenum blue photometric method, silicon potassium fluoride titrimetric method and perchloric acid dehydration gravimetric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本部分是对 GB/T 5686.2—1985《锰硅合金化学分析方法重量法测定硅量》、GB/T 7730.2—2002《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》、GB/T 8654.3—1988《金属锰化学分析方法 钼蓝光度法测定硅量》和 GB/T 8654.4—1988《金属锰化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 5686.2—1985、GB/T 7730.2—2002、GB/T 8654.3—1988 和 GB/T 8654.4—1988。

本部分与 GB/T 5686.2—1985、GB/T 7730.2—2002、GB/T 8654.3—1988 和 GB/T 8654.4—1988 比较,主要变化如下:

- 方法适用范围规定为锰铁、锰硅合金、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰;
- 新增加了氟硅酸钾滴定法;
- 高氯酸重量法是对 GB/T 8654.4—1988、GB/T 5686.2—1985 和 GB/T 7730.2—2002 进行了整合修改。其主要变化如下:
 - a) 试样称样量统一为“3.00 g 试料(含硅量在 1% 以上时,称取 1.000 0 g 试料),精确至 0.000 1 g”;
 - b) 试料分解整合为“碱熔(适用于锰硅试料)”和“酸溶+残渣处理(适用于金属锰、氮化锰铁和锰铁试料)”;
 - c) 碱熔熔剂量改为 8 g~10 g,将加热变黑的熔融物置于 700℃~750℃ 高温炉中熔融 10 min~15 min。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:江西新余钢铁有限责任公司。

本部分主要起草人:

方法一:廖义兵、张水菊、傅韬、吴万琴、贺铀;

方法二:孙继新、张水菊、廖义兵、李敏;

方法三:张水菊、孙继新、黄荣清、裴剑鸣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5686.2—1985;
- GB/T 7730.2—2002;
- GB/T 8654.3—1988;
- GB/T 8654.4—1988。

锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 硅含量的测定 钼蓝光度法、氟硅酸钾 滴定法和高氯酸重量法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。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

本部分规定了用钼蓝光度法、氟硅酸钾滴定法和高氯酸重量法测定锰铁、锰硅合金、氮化锰铁、金属锰和电解锰中的硅含量。

本部分适用于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰中硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.001%~30.00%。方法一:钼蓝光度法,适用于金属锰和电解金属锰中硅含量的测定,测定范围(质量分数)0.001%~0.60%;方法二:氟硅酸钾滴定法,适用于锰硅合金中硅含量的测定,测定范围(质量分数)12.00%~30.00%;方法三:高氯酸重量法,适用于锰铁、锰硅合金、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰中硅含量的测定,测定范围(质量分数)0.50%~30.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试料的采取和制备

3 方法一 钼蓝光度法

3.1 原理

试料用硫酸分解,硅酸与钼酸铵生成硅钼杂多酸,加入氢氟酸消除磷、砷等杂质的影响,用硫酸亚铁铵还原生成硅钼蓝,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂和材料

所用试剂均为优级纯。除硫酸外,均应储存于塑料容器中。

3.2.1 硫酸,6+94。

3.2.2 氢氟酸,1+9。

3.2.3 钼酸铵溶液,75 g/L。称取 75 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于温水中,冷却后用水稀释至 1 000 mL,使用时再过滤。

3.2.4 硫酸亚铁铵溶液,150 g/L。称取 150 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 500 mL 水中,加入 100 mL 硫酸(1+9),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.5 硅标准溶液

3.2.5.1 称取 0.428 0 g 二氧化硅(纯度不低于 99.5%)于铂坩埚中,加入 2 g 无水碳酸钠并混匀,于 1 000℃高温炉中熔融 10 min~15 min,取出,冷却,置于聚四氟乙烯烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 硅。

3.2.5.2 移取 25.00 mL 硅标准溶液(3.2.5.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 硅。