

氟硅酸钾容量法测硅钒铁中的硅

唐世禄

四川川投长钢股份公司第四中心试验室

摘要 以滴定法测定硅,试验并确定了最佳测定条件,应用于硅钒铁材料中硅的分析,获得了满意的分析结果。

关键词 滴定法 硅钒铁 硅

硅钒铁作钒铁代用品用于炼钢,其成本相对于钒铁要低且可减少硅铁用量,是较好的炼钢铁合金。但目前国内既无硅钒铁的标钢,也没有较好的分析硅钒铁中硅的方法。用传统的重量法,由于硅含量较高,试样溶解很慢,分析周期长,而且在挥发驱硅时,由于沉淀里夹杂一部分钒,对铂金坩锅有一定损害。作者提出,称适量的硅铁和钒铁标钢于同一塑料烧杯中作为复合标样。用 HF-HNO₃ 溶样,加入适量 KF, KNO₃, 硅形成氟硅酸钾沉淀,过滤,洗涤,加入沸水使之水解,用氢氧化钠滴定。分析结果令人满意。

1 实验部分

1.1 主要试剂

尿素溶液:5%(当天配);

氟化钾溶液:15%(过滤后使用);

硝酸钾-乙醇溶液:取一定量的硝酸钾,加 250mL 乙醇,加水至 500mL 水,混匀,硝酸钾要处于饱和状态;氢氧化钠标液 0.1425mol/L;

混合指示剂:称 50mg 酚红和 50mg 溴百里酚蓝于 250mL 烧杯中,加 100mL 水,加热,完全溶解,取下,冷却后用氢氧化钠标液滴至深紫色。

1.2 实验方法

称取适量硅铁和钒铁标钢于同一塑料烧杯中,加 15mL 浓硝酸、5mL 40% 氢氟酸溶解。溶完后,加 5mL 尿素溶液,摇动至无气泡产生,加 10mL KF 溶液和 2g KNO₃ 固体,摇动,使其溶解,然后于冷水浴中冷至低于 25℃,放置 15min,用中速滤纸和塑料漏斗过滤,用低于 25℃ 的硝酸钾-乙醇溶液洗涤烧杯 3 次,洗沉淀同滤纸 3 次,取出沉淀置

于原烧杯中,加 15mL 硝酸钾-乙醇溶液,5 滴混合指示剂,用氢氧化钠标液中和残余酸,用塑料棒仔细搅拌滤纸同沉淀至出现稳定紫色,加入 200mL 沸水,再加 10 滴混合指示剂,用氢氧化钠标液滴定至稳定紫色。

2 结果与讨论

2.1 硝酸钾用量

试验表明,1.5g 以上硝酸钾及 8mL 以上氟化钾溶液可使硅完全转化为氟硅酸钾沉淀。本法采用加 2g 硝酸钾。

2.2 沉淀放置时间

加入沉淀剂放置时间过短,沉淀不能完全,结果偏低,试验表明,放置时间 15min 足以使硅沉淀完全。

2.3 沉淀放置的温度

氟硅酸钾的溶解度随温度的升高而增大,试验表明,当溶液温度低于 25℃ 时,氟硅酸钾沉淀完全。本法采用沉淀放置时溶液温度低于 25℃,洗液温度低于 25℃。

2.4 氟化钾用量

试样硅含量高,须加入足量氟化钾溶液使硅沉淀完全。试验表明,加入 10mL 氟化钾溶液可使硅沉淀完全。

2.5 指示剂的选择

氟硅酸钾水解产生两种酸的电离常数差别较大,氢氟酸的电离常数 $K = 7.2 \times 10^{-4}$,硅酸的第一级电离常数 $K_1 = 1.7 \times 10^{-7}$ 。用氢氧化钠滴定时, HF 首先被滴定,等当点 PH 值为 7.5 ~ 8.3。因硅酸在 PH > 8.0 也开始被滴定,所以最好选择

表 1 复合标样中 Si 的测定结果 (%)

复合标样	标准值	测定值	RSO(n=4)
0.2000gFeV50 - A - 2(钒铁) + 0.0500gBH0302 - 1(硅铁)	10.73	10.74	0.493
0.2000gFeV50 - A - 2(钒铁) + 0.0500gYSBC25611 - 93(硅铁)	16.75	16.70	0.270
0.1200gFeV50 - A - 2(钒铁) + 0.0800gBH0301 - 58(硅铁)	33.02	32.91	0.107

表 2 硅钒铁中 Si 测定结果 (%)

试样编号	重量法测定值	本法测定值	RSD(n=4)
1	19.80	19.90	0.593
2	14.25	14.18	0.323
3	28.39	28.27	0.243

变色范围为 PH7.5 ~ 8.0 的指示剂。溴百里酚蓝和酚红混合指示剂,在酸性溶液中为黄色,PH7.2

为绿色,PH7.5 时为紫色。试验表明,混合指示剂在本法中变色敏锐,效果好。

2.6 共存离子的影响

试验表明常见金属元素铝、钛、铌等形成络合物或沉淀,会干扰硅的测定。但硅钒铁中含这些元素甚微,一般不影响测定。

3 样品分析的准确性

称取 0.2500g 试样(含硅 > 30% 减少称样量)于塑料烧杯中,以下同实验方法。分析结果见表 1、2。

4 结论

采用氟硅酸钾容量法测定硅钒铁中的硅时,在确定氯化钾,硝酸钾用量,沉淀放置时间与温度,指示剂选择上都进行了准确的选择,按照此种选择条件作出的试验分析,结果令人满意。

(截稿日期 2002 年 3 月)

科技信息 ·

目前钢铁行业值得关注的几个问题

第一个问题 各类企业加大投资,钢材产能扩展迅速。钢材下游企业如房地产、汽车等行业发展势头强劲,对钢材的需求旺盛,在加上从去年以来的钢材价格连续上升,钢铁行业利润空间扩大,企业投资钢铁热情高涨。国内钢铁产能进一步释放,甚至投入巨资增加生产设备,钢铁产能快速增长。从不同主题来看,国有重点大中型企业以技术改造、能力配套、产品提升和深加工为重点,提高轧钢能力和产品档次。民营或合资钢铁企业则以外延扩大再生产投资为重点,采取扩大现有高炉容积、转炉吨位和轧钢配套能力,兼并停产半停产的中小企业加以改造,在沿海地区筹建新的大型钢铁厂等。

第二个问题 产能快速增长造成了原料紧张,增加了钢厂采购成本。钢铁产量持续大幅增加,造成了原燃料资源紧张,煤、电、油、矿石、焦炭等原燃料价格不断上涨。受上游各方面涨价因素直接影响,钢铁生产制造成本明显上升。随着钢材价格的回调,钢铁企业将受到上下游行业的双重挤压,利润空间将回缩小。

第三个问题 进口商争抢终保配额,造成钢材进口大幅增长。受钢材市场好转、价格持续上涨的推动,国际钢材资源大幅增加。而国内钢材需求旺盛,价格走势强劲,进口商看好后市,争抢进口配额。

第四个问题 保障措施范围以外的国家板材进口增长迅猛。被列入我国正式保障措施中的国家对我国钢材出口量受到了一定的限制。未被列入保障措施的第三世界国家对华出口量出现猛增趋势,钢材主要有冷热普薄板、中厚板等。

(本刊辑录)