

中华人民共和国国家标准

# 硅铬合金化学分析方法 重量法测定硅量

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

UDC 669.782  
:5/26:543.21  
:546.28  
GB 4699.1—84  
ISO 4158—1978

本标准适用于硅铬合金中硅量的测定。测定范围：8.00～95.00%。

本标准等同采用国际标准ISO 4158—1978《硅铁、硅锰铁和硅铬铁—硅量的测定—重量法》。  
总则及一般规定按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

将称取的试样用过氧化钠氧化熔融，使硅转变成硅酸盐，用酸浸取。  
在高氯酸介质中蒸发，使硅酸盐两次脱水，称量其不纯的二氧化硅。  
用氢氟酸—硫酸两次挥发二氧化硅，称量其残渣，由差减测定纯二氧化硅。

## 2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 碳酸钠（无水）。
- 2.3 氢氧化铵（比重0.90）。
- 2.4 高氯酸（比重1.67）\*。
- 2.5 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.6 盐酸（比重1.19）。
- 2.7 盐酸（1 + 9）。
- 2.8 硫酸（比重1.84）。
- 2.9 硫酸（1 + 1）。
- 2.10 硝酸银溶液（1%）。

## 3 仪器

- 3.1 坩埚，容积40ml，无硅的铁坩埚，镍或锆坩埚。
- 3.2 溶解熔融物用烧杯，由聚乙烯、不锈钢或高纯镍制。
- 3.3 铂皿，容积40ml。
- 3.4 有棱沟的玻璃漏斗，直径75mm。
- 3.5 玻璃烧杯，容积600ml或800ml。
- 3.6 高温炉。
- 3.7 干燥器。

\* 当加热高氯酸至冒烟时，须注意防止发生危险。

#### 4 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样量

硅量小于或等于50%，称取0.5000g试样。

硅量小于25%，称取1.000g试样。

硅量大于50%，称取0.2500g试样。

##### 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

##### 5.3 测定

**5.3.1** 将试样（5.1）置于盛有10~12g过氧化钠（2.1）的坩埚中（3.1），仔细混匀，为防止试样损失，以3g过氧化钠（2.1）或3g碳酸钠（2.2）覆盖。将盛有试样及熔剂的坩埚置于350~400℃电热板上，加热至熔融物变黑。用坩埚钳夹住坩埚在火焰上旋动坩埚，为避免爆燃先缓慢加热，然后再强热至完全熔融，并使熔融产物约保持5min红热状态。将坩埚放冷。

**5.3.2** 将坩埚放入盛有200ml水的烧杯（3.2）中，盖上表皿，待无气泡发生，取出坩埚并用热水洗净，收集洗液加入同一烧杯中，将碱性溶液移入盛有30ml盐酸（2.6）的烧杯（3.5）内，搅匀溶液，待盐类溶解后，加入100ml高氯酸（2.4）。

**5.3.3** 将烧杯置于高温电热板上至放出高氯酸白烟，继续加热至发烟的残渣开始结晶并呈现粘稠状，取下放冷，沿烧杯内壁缓慢加入20ml盐酸（2.6）和数毫升热水浸取，搅拌并用250ml沸水稀释，搅匀并静置。

**5.3.4** 将二氧化硅过滤于有棱沟的玻璃漏斗（3.4）中的普通定量滤纸上。保留滤液，用擦棒和温水擦洗烧杯。用温盐酸（2.7）洗涤滤纸，直至无铁、铬盐的黄色，最后用热水洗涤数次至无氯离子存在〔用硝酸银溶液（2.10）作点滴试验检查〕。滤纸必须充分洗净，以除去在灼烧时能引起燃烧的痕量高氯酸。

将滤液及洗液移入最初脱水用的烧杯中。蒸发至约250ml。加入20ml高氯酸（2.4），以下按5.3.3款进行第二次脱水和浸取。再按5.3.4款用新滤纸过滤和洗涤沉淀，但最后洗涤是用冷水代替热水。

**5.3.5** 将含有二氧化硅沉淀物的两张滤纸置于铂皿（3.3）中。加入4滴氢氧化铵（2.3）于滤纸上\*，最初在不超过400℃的高温炉（3.6）中干燥并灼烧。放冷。加入1ml硫酸（2.9），蒸发至干，无硫酸烟放出，然后在1100℃灼烧至恒重，置于干燥器中冷却，称量盛有不纯二氧化硅的铂皿。

**5.3.6** 用数滴水润湿不纯的二氧化硅。加入约10ml氢氟酸（2.5）和2~3滴硫酸（2.8），蒸发至干，且无硫酸烟放出。在同样条件下进行第二次蒸发，但用2ml氢氟酸。

在1100℃高温炉（3.6）中灼烧至恒重，于干燥器中冷却，称量盛有杂质的铂皿。

#### 6 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量：

$$Si (\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m_0} \times 100$$

式中： $m_1$ ——5.3.5款测得的不纯的二氧化硅和铂皿的质量，g；

\* 这是为了减少高氯酸盐挥发时从铂皿中溅出少量二氧化硅的危险。

- $m_2$ ——5.3.6款测得的杂质和铂皿的质量, g;  
 $m_3$ ——空白试验中测得的不纯的二氧化硅和铂皿的质量, g;  
 $m_4$ ——空白试验中测得的杂质和铂皿的质量, g;  
 $m_0$ ——试样量, g;  
 0.4674——二氧化硅换算为硅的换算因数。

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

| 硅 量    | 允 许 差 |
|--------|-------|
| <50.00 | 0.40  |
| >50.00 | 0.60  |

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由上海铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起,原冶金工业部标准YB 577—65《硅铬合金化学分析方法》作废。