

## 中华人民共和国国家标准

# 硼铁化学分析方法

## 高氯酸脱水重量法测定硅量

Methods for chemical analysis of ferroboron  
The perchloric acid dehydration-gravimetric method  
for the determination of silicon content

UDC 669.15/781  
:543.21  
:546.28  
GB 3653.3—88

代替 GB 3653.3—83

### 1 主题内容与适用范围

本方法规定了高氯酸脱水重量法测定硅量。  
本标准适用于硼铁中硅量的测定,测定范围0.50%~16.00%。

### 2 方法提要

试样用酸溶解,不溶残渣经过滤、灼烧,用碳酸钠及过氧化钠作熔剂熔融,以稀盐酸浸出,蒸发至小体积,加入高氯酸冒烟,使硅酸凝聚,过滤、灼烧,用甲醇将硼挥发,灼烧至恒量,用氢氟酸除硅,灼烧至恒量,计算硅的百分含量。

### 3 试剂

- 3.1 碳酸钠,无水。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.4 盐酸(5+95)。
- 3.5 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.6 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.7 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。
- 3.8 甲醇。
- 3.9 硫酸(1+1)。
- 3.10 硫氰酸铵溶液(50 mg/mL)。
- 3.11 硝酸银溶液(10 mg/mL)。

### 4 试样

试样应通过0.088 mm 筛孔。

### 5 分析步骤

#### 5.1 试样量

称取0.500 0~1.000 g 试样(试样含硅量在0.50%~1.00%时,称取1.000 g;在1.00%~16.00%时,称取0.500 0 g)。

中华人民共和国冶金工业部 1988-09-08 批准

1990-01-01 实施

## 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400 mL烧杯中,加入30 mL盐酸(3.3)、10 mL硝酸(3.5),于电热板上加热至试样完全溶解。若试样不能完全溶解于酸时,则按下述方法处理:

用快速定量滤纸过滤于300 mL烧杯中,用擦棒擦净杯壁上附着的残渣,以热水洗净烧杯,并洗涤沉淀3~5次,保存滤液。将滤纸及沉淀置于镍坩锅中,烘干,小心炭化,灼烧灰化,取下稍冷,加入1 g碳酸钠(3.1)、1 g过氧化钠(3.2),搅匀,于850℃高温炉中熔融5~8 min(随时摇动),取出冷却放于原烧杯中,将保存的滤液倒入原烧杯中,洗净烧杯,待熔融物溶解后,用热水洗净坩锅,取出,加入10 mL盐酸(3.3),加热蒸发至体积为30~40 mL。

5.3.2 加入30 mL高氯酸(3.6),盖上表皿,置于电热板上,加热至冒高氯酸浓烟于杯口,回流,保持20 min,取下冷却,加入10 mL盐酸(3.3)、100 mL热水(80℃以上),加热溶解盐类,取下。

5.3.3 用中速定量滤纸过滤,洗净烧杯,用盐酸(3.4)洗涤沉淀至无铁离子〔用硫氰酸铵溶液(3.10)检查〕,然后用热水洗至无氯离子〔用硝酸银溶液(3.11)检查〕。

5.3.4 将滤液按5.3.2及5.3.3重复进行一次。

5.3.5 将两次沉淀连同滤纸置于铂坩锅中,烘干,小心灼烧灰化后,于1 000℃高温炉中灼烧20 min。

5.3.6 取出,稍冷后,加入5 mL甲醇(3.8),于低温电炉上小心蒸干,然后于1 000℃高温炉中灼烧30 min,取出置于干燥器中,冷却至室温,称量并反复灼烧至恒量( $m_1$ )。

5.3.7 将不纯的二氧化硅用水润湿,加入3滴硫酸(3.9)、5 mL氢氟酸(3.7)于电热板上,小心加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽,置于1 000℃高温炉中灼烧20 min,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量并反复灼烧至恒量( $m_2$ )。

## 6 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

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

式中: $m_1$ ——二氧化硅和铂坩锅的质量,g;

$m_2$ ——残渣和铂坩锅的质量,g;

$m_3$ ——随同试样的空白和铂坩锅的质量,g;

$m_4$ ——空白残渣和铂坩锅的质量,g;

$m$ ——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。

## GB 3653.3—88

		%
硅 量	允 许 差	
0.50~1.00	0.04	
>1.00~2.00	0.07	
>2.00~5.00	0.10	
>5.00~8.00	0.15	
>8.00~16.00	0.20	

**附加说明：**

本标准由齐齐哈尔钢厂负责起草。

本标准主要起草人范呈祥等。

本标准水平等级标记 GB 3653.3—88 I