



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.6—94

钒铁化学分析方法 硫酸脱水重量法测定硅量

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The sulphuric acid dehydration-gravimetric
method for the determination of silicon content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钒铁化学分析方法 硫酸脱水重量法测定硅量

GB/T 8704.6—94

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The sulphuric acid dehydration-gravimetric
method for the determination of silicon content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫酸脱水重量法测定硅量。

本标准适用于钒铁中硅量的测定。测定范围： $\leq 3.50\%$ 。

2 方法提要

试样用硝酸、盐酸溶解，以硫酸蒸发冒烟使硅酸脱水为不溶性二氧化硅。以盐酸溶解可溶性盐类，分离沉淀，将沉淀于 1100°C 灼烧至恒量，加入氢氟酸使硅呈四氟化硅挥发除去，再灼烧至恒量，由氢氟酸处理前后的质量差，计算硅的百分含量。

3 试剂

3.1 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)。

3.2 盐酸(1+4)。

3.3 盐酸(1+10)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氢氟酸($\rho 1.15\text{ g/mL}$)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 硫氰酸铵溶液(50 g/L)。

3.8 硝酸银溶液(10 g/L)。

4 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试料量

称取 1.000 0 g 试样(含硅量小于 1.0% 时称取 2.000 0 g 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 300 mL 烧杯中，加入 30 mL 硝酸(3.4)、10 mL 盐酸(3.1)，盖上表皿，低温加

国家技术监督局 1994-09-06 批准

1995-06-01 实施

热分解后,加入 25 mL 硫酸(3.6),继续加热至冒硫酸浓烟约 5~10 min,取下,冷却。

5.3.2 加入 50 mL 盐酸(3.2),低温加热溶解可溶性盐类,趁热用加有少许定量滤纸浆的中速定量滤纸过滤,将沉淀移入滤纸上,用温热盐酸(3.3)洗净烧杯内壁及擦棒,洗涤沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(3.7)检查],然后用热水洗至无氯离子[用硝酸银溶液(3.8)检查]。

将滤液及洗液移入原溶样烧杯中,加热至冒硫酸烟 5~10 min,取下,冷却,以下按 5.3.2 条进行操作。

5.3.3 将两次所得沉淀连同滤纸(5.3.2)移入铂坩埚中,干燥后缓慢加热至滤纸碳化后,小心灰化,在 1100℃ 高温炉中灼烧(约 30 min)。取出稍冷,置于干燥器中,冷却至室温,称量,并反复灼烧至恒量(m_1)。

5.3.4 向铂坩埚中滴加 2~3 滴硫酸(3.6),使之润湿,加入 5 mL 氢氟酸(3.5),加热蒸发至冒尽硫酸白烟,在 1100℃ 高温炉中灼烧(约 15 min)。取出稍冷,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:

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

式中: m_1 —— 氢氟酸处理前铂坩埚和沉淀的质量, g;

m_2 —— 氢氟酸处理后铂坩埚和沉淀的质量, g;

m_3 —— 氢氟酸处理前随同试样的空白和坩埚的质量, g;

m_4 —— 氢氟酸处理后随同试样的空白和铂坩埚的质量, g;

m —— 试料的质量, g;

0.4674 —— 二氧化硅的换算因数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列的允许差。

		%
硅 量	允许差	
≤ 1.00	0.05	
$> 1.00 \sim 2.00$	0.07	
$> 2.00 \sim 3.50$	0.10	

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由峨嵋铁合金(集团)股份有限公司起草。

本标准主要起草人雷永清、陈果才、刘孝珍、朱茂新。

本标准水平等级标记 GB/T 8704.6—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 8704.6—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒 铁 化 学 分 析 方 法
硫酸脱水重量法测定硅量
GB/T 8704.6—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045

电 话: 8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

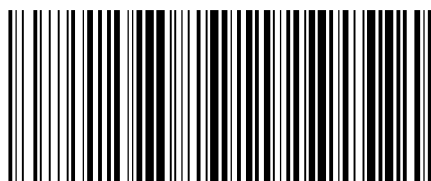
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 4 千字
1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066 · 1-11435 定价 8.00 元

*

标 目 262—16



GB/T 8704.6—1994