

中华人民共和国国家标准

GB/T 5687.2—2007
代替 GB/T 4699.1—1984, GB/T 5687.2—1985

铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法

Ferrochromium, silicochromium and nitrogen-bearing ferrochromium—
Determination of silicon content—
The perchloric acid dehydration gravimetric method

2007-09-11 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 5687 的本部分代替 GB/T 4699.1—1984《硅铬合金化学分析方法 重量法测定硅量》和 GB/T 5687.2—1985《铬铁化学分析方法 重量法测定硅量》。

本部分与 GB/T 4699.1—1984 和 GB/T 5687.2—1985 比较,其主要变化如下:

- 测定范围由铬铁的 1.00%~6.00%、硅铬合金的 8.00%~95.00%调整为 0.10%~60.00%;
- 沉淀两次灼烧温度均由 1 100℃改为 1 050℃;
- 对高碳铬铁,试样的粒度由通过 0.125 mm 筛孔改为通过 0.088 mm 筛孔;
- 溶剂的用量、熔融温度和高氯酸的用量均作调整;
- 滤液回收并进行二次脱水。

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:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4699.1—1984;
- GB/T 5687.2—1985。

铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 硅含量的测定

高氯酸脱水重量法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。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

GB/T 5687 的本部分规定了用高氯酸脱水重量法测定硅含量。

本部分适用于铬铁、真空微碳铬铁、氮化铬铁和硅铬合金中硅含量的测定,测定范围(质量分数): 0.10%~60.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 5687 的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样的采取和制备

3 原理

试料用盐酸溶解或碱熔后,熔融物以盐酸溶解,用高氯酸冒烟处理,使硅成为不溶性硅酸。经过滤洗涤后,将沉淀于 1 050℃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。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 过氧化钠,固体。
- 4.2 无水碳酸钠,固体。
- 4.3 氨水, ρ 0.90 g/mL。
- 4.4 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。
- 4.5 盐酸, ρ 1.19 g/mL。
- 4.6 盐酸,1+5。
- 4.7 盐酸,1+9。
- 4.8 过氧化氢, ρ 1.10 g/mL。
- 4.9 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL,优级纯。
- 4.10 硫酸,1+1。
- 4.11 硫氰酸铵溶液,50 g/L。
- 4.12 硝酸银溶液,10 g/L。

5 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。高碳铬铁、氮化铬铁试样应通过 0.088 mm 筛孔,硅铬合金

试样应通过 0.125 mm 筛孔,中、低、微碳铬铁和真空微碳铬铁的试样(钻取)应通过 1.68 mm 筛孔。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取 1.00 g 试样(硅铬合金称取 0.50 g 试样),精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

6.3 测定

6.3.1 试料的分解

6.3.1.1 试料的酸溶分解法(中、低、微碳铬铁和真空微碳铬铁适用)

将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 60 mL 盐酸(4.6),低温加热使试样完全分解。加入 20 mL 高氯酸(4.4)。

6.3.1.2 试料的碱熔分解法 I (高碳铬铁、氯化铬铁适用)

将试料(6.1)置于已经盛有 10 g 过氧化钠(4.1)、3 g 无水碳酸钠(4.2)的镍坩埚中,搅匀。再在上面覆盖 2 g 过氧化钠(4.1)。徐徐加热使试样熔化后,于 750℃ 高温炉内熔融 15 min,取出。稍冷,用热水浸提于 300 mL 塑料杯中。将碱性溶液移入盛有 35 mL 盐酸(4.5)的 500 mL 烧杯内,并用热盐酸(4.7)洗净塑料杯,搅匀溶液,待盐类溶解后,加入 80 mL 高氯酸(4.4)。

6.3.1.3 试料的碱熔分解法 II (硅铬合金适用)

将试料(6.1)置于已经盛有 10 g~12 g 过氧化钠(4.1)的镍坩埚中,仔细搅匀。再在上面覆盖 3 g 无水碳酸钠(4.2)。将盛有试料及熔剂的坩埚置于 350℃~400℃ 的电热板上,加热至熔融物变黑。将坩埚取下置于 700℃ 高温炉内熔融 10 min,取出。稍冷,用热水浸提于 300 mL 塑料杯中。将碱性溶液移入盛有 30 mL 盐酸(4.5)的 500 mL 烧杯内,并用热盐酸(4.7)洗净塑料杯,搅匀溶液,待盐类溶解后,加入 100 mL 高氯酸(4.4)。

6.3.2 硅酸的脱水

低温加热蒸发至冒白烟,并继续加热,在高氯酸蒸汽沿烧杯壁回流状态下,持续加热约 15 min~20 min,取下。(硅铬合金:将烧杯置于高温电热板上加热至放出高氯酸白烟,并继续加热至发烟的残渣开始结晶并呈现粘稠状,取下放冷。)

6.3.3 沉淀的洗涤和过滤

自然冷却后,加入 150 mL 温水使可溶性盐类溶解,分次少量加入约 10 mL 过氧化氢(4.8)使铬还原,煮沸约 1 min,稍静置后,立即用中速定量滤纸过滤[硅铬合金用有棱沟的玻璃漏斗(直径 75 mm)过滤],将沉淀移入滤纸上,用温热盐酸(4.7)洗净烧杯内壁,洗涤沉淀至无铁离子[用硫氰酸铵溶液(4.11)检查],然后用热水洗至无氯离子[用硝酸银溶液(4.12)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]。

6.3.4 将滤液及洗液移入最初脱水用的烧杯中,加热蒸发至约 250 mL 时,加入 10 mL 高氯酸(4.4)[硅铬合金加入 20 mL 高氯酸(4.4)],继续加热至冒烟,以下按 6.3.2 进行第二次脱水。再按 6.3.3 款用新滤纸进行过滤和洗涤沉淀,但最后洗涤是用冷水代替热水。

6.3.5 沉淀的灼烧与称量

将两次所得沉淀连同滤纸移入铂皿(容积 40 mL)或铂坩埚中。加入 4 滴氨水(4.3)于滤纸上,在不超过 400℃ 的高温炉中干燥并灼烧。放冷。加入 1 mL 硫酸(4.10),蒸发至干且无硫酸烟放出,置于 1 050℃ 的高温炉中灼烧(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)。

用数滴水润湿不纯的二氧化硅,向铂皿或铂坩埚中滴加 2 滴~3 滴硫酸(4.10),使之润湿,加入 5 mL 氢氟酸(4.9)[硅铬合金加入 10 mL 氢氟酸(4.9)],加热蒸发至冒尽硫酸白烟[硅铬合金在同样条

件下进行两次蒸发,但第二次用 2 mL 氢氟酸(4.9)]。在 1 050℃ 的高温炉中灼烧(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)。

7 分析结果的计算

按式(1)计算试样中硅的含量(质量分数),数值以%表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——氢氟酸处理前铂皿(或铂坩埚)和沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后铂皿(或铂坩埚)和沉淀的质量,单位为克(g);

m_3 ——氢氟酸处理前随同试样的空白和铂皿(或铂坩埚)的质量,单位为克(g);

m_4 ——氢氟酸处理后随同试样的空白和铂皿(或铂坩埚)的质量,单位为克(g);

m ——试料量,单位为克(g);

0.4674——二氧化硅换算成硅的换算系数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

%(质量分数)

硅含量	允许差
0.10~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.10
>2.00~4.00	0.20
>4.00~6.00	0.25
>6.00~15.00	0.30
>15.00~30.00	0.35
>30.00~60.00	0.50

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 硅含量的测定
高氯酸脱水重量法
GB/T 5687.2—2007

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

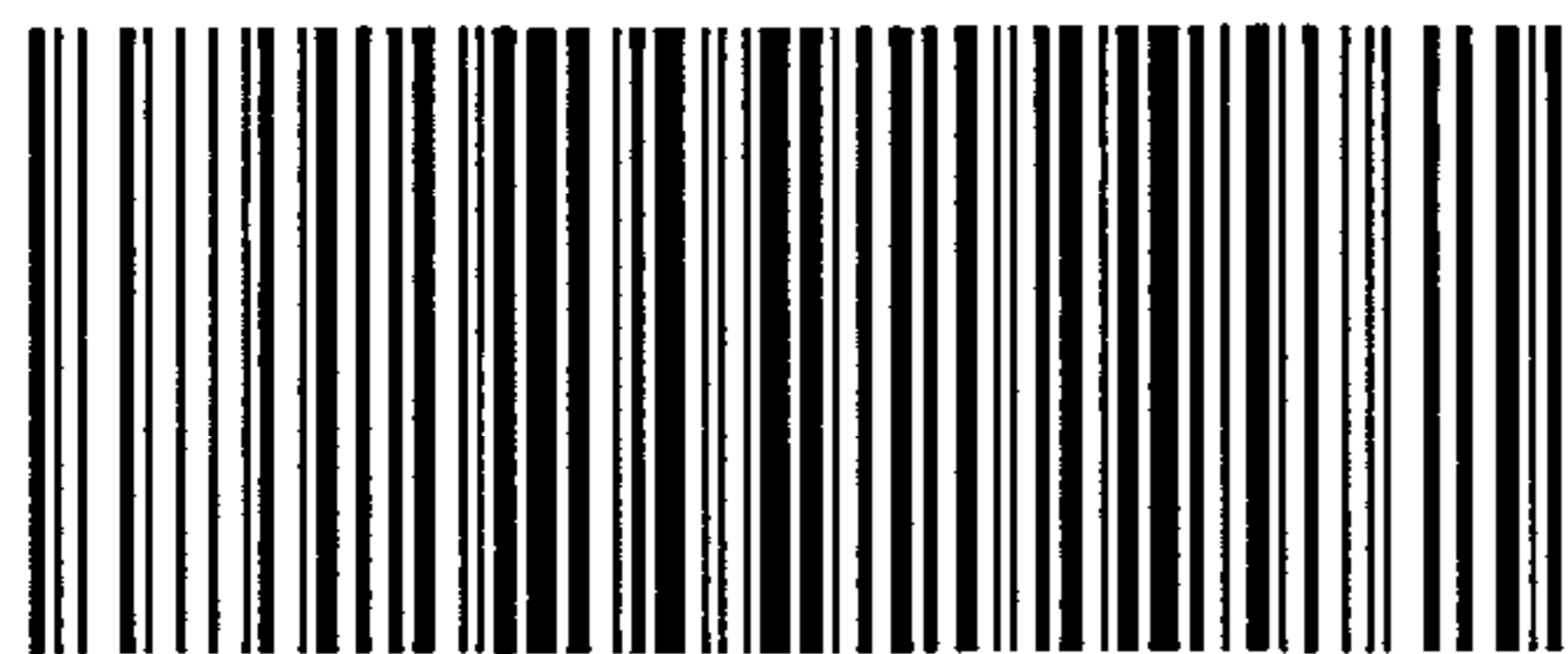
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008年2月第一版 2008年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30609

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 5687.2—2007