

硅铁化学分析方法  
高氯酸脱水重量法测定硅量

UDC 669.15'782  
:543.21:546  
.28  
GB 4333.1-84

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

本标准适用于硅铁中硅量的测定。测定范围：30.00~98.00%。  
本标准遵守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

试样用碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融，使硅转化成硅酸盐，用盐酸酸化，以高氯酸二次冒烟使硅酸脱水。经过滤洗涤后，将沉淀于1050~1100℃灼烧至恒量，加氢氟酸使硅成四氟化硅挥发除去，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。

### 2 试剂

- 2.1 碳酸钠-过氧化钠混合熔剂：1份无水碳酸钠和2份过氧化钠混匀后，使用。
- 2.2 盐酸（比重1.19）。
- 2.3 盐酸（1+1）。
- 2.4 盐酸（5+95）。
- 2.5 高氯酸（比重1.67）。
- 2.6 氢氧化铵（比重0.90）。
- 2.7 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.8 硫酸（1+1）。
- 2.9 硝酸银溶液（2%）。

### 3 试样

试样应通过120目筛网。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样量

称取0.3000g试样（试样含硅量在50%以上时，称取0.2000g试样）。

#### 4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

#### 4.3 测定

4.3.1 将试样（4.1）置于预先盛有8g碳酸钠-过氧化钠混合熔剂（2.1）的铁（镍）坩埚中，搅拌均匀，再覆盖2g混合熔剂（2.1）。将坩埚置于低温电热板上，盖上坩埚盖，加热焙烘至熔剂焦黄，于850~900℃高温炉或喷灯上熔融，直至完全熔清，继续熔融2min，冷却。坩埚外壁用水冲洗后，置于250ml塑料烧杯中，加100ml热水，盖上表面皿，待反应停止后，以热水用擦棒擦洗坩埚及盖并取

出。将浸出液缓慢移入盛有35ml盐酸(2.2)的600ml玻璃烧杯中,用水洗净塑料烧杯及表皿,洗液并入玻璃烧杯中,搅拌至溶液澄清。

**4.3.2** 加入80ml高氯酸(2.5),盖上表皿,留有缝隙,置于电热板或低温电炉上,加热冒高氯酸白烟(约回流20min),直至残留物呈糊状,取下,冷却。沿杯壁加入20ml盐酸(2.3),用少许热水冲洗表皿及杯壁,加入100ml热水(80℃以上),搅拌使盐类溶解。

**4.3.3** 趁热用中速定量滤纸过滤于600ml烧杯中,将沉淀移入滤纸上,用擦棒仔细擦洗玻璃棒及杯壁,用热盐酸(2.4)洗净烧杯及玻璃棒,洗涤沉淀至无铁(镍)离子(约洗5~6次),然后用热水洗至无氯离子〔用硝酸银溶液(2.9)检查〕。保留滤纸及沉淀。

**4.3.4** 将滤液及洗液移入原烧杯中,加入20ml高氯酸(2.5),以下按4.3.2及4.3.3款进行。

**4.3.5** 将两次沉淀连同滤纸(4.3.3、4.3.4),置于铂坩埚中,加入4滴氢氧化铵(2.6),在约150℃烘箱中烘至近干。在500~600℃处小心加热使滤纸炭化。逐渐升温至碳完全氧化,加盖,将其置于1100~1150℃高温炉中灼烧30min,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( $m_1$ )。

**4.3.6** 将不纯的二氧化硅用数滴水湿润,加入4滴硫酸(2.8)、6ml氢氟酸(2.7),置于电热板或低温电炉上,蒸发至冒硫酸烟,稍冷,再加入4ml氢氟酸(2.7),继续加热蒸发至冒尽硫酸烟。将坩埚置于950℃高温炉中灼烧30min,取出,置于干燥器中。冷却至室温,称量,并反复灼烧至恒量( $m_2$ )。

## 5 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4675}{m} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——氢氟酸处理前铂坩埚与沉淀的质量, g;

$m_2$ ——氢氟酸处理后铂坩埚与残渣的质量, g;

$m_3$ ——氢氟酸处理前随同试样的空白和铂坩埚的质量, g;

$m_4$ ——氢氟酸处理后随同试样空白的残渣和铂坩埚的质量, g;

$m$ ——试样量, g;

0.4675——二氧化硅换算为硅的换算因数。

## 6 允许差

硅 含 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。

本标准由上海铁合金厂起草。

本标准主要起草人董达富、钱伯元。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 72—65《硅铁化学分析方法》中硅量的测定作废。