

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.2—2009
代替 GB/T 4701.2—1984

GB/T 4701.2—2009

钛铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法

Ferrotitanium—Determination of silicon content—
The sulphuric acid dehydration gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
钛铁 硅含量的测定
硫酸脱水重量法
GB/T 4701.2—2009

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 6 千字
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

书号: 155066·1-38837 定价 14.00 元

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 4701.2—2009

2009-07-08 发布

2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

6.3 测定

6.3.1 试料分解

将试料(6.1)置于 500 mL 烧杯中,加入 120 mL 硫酸(4.7),盖上表皿低温加热至试样无明显反应后取下,缓慢加入 30mL 盐酸(4.3),继续加热试样至无明显反应,取下。用快速定量滤纸过滤于 500 mL 烧杯中,擦净杯壁上附着的残渣,以热水洗净烧杯,并洗涤沉淀 3 次~5 次,保存滤液。将沉淀及滤纸置于镍坩埚中,烘干,缓慢加热至滤纸灰化后,取出稍冷,加入 2 g 过氧化钠(4.1),搅拌均匀,覆盖 1 g 无水碳酸钠(4.2),于 850 °C 高温炉中熔融 6 min~8 min,取出稍冷,放于盛有滤液的烧杯中,待熔融物溶解后,用热水洗净坩埚,取出。

6.3.2 硅酸脱水

缓慢加入 10 mL 过氧化氢(4.5)使钛等氧化,加热至冒硫酸烟约 5 min,取下稍冷,加入 20 mL 盐酸(4.3)和 200 mL 热水,加热溶解盐类,煮沸 1 min。

6.3.3 沉淀的分离与洗涤

趁热以中速定量滤纸过滤,将附在杯壁上的白色晶体沉淀擦净,先用温洗涤液(4.8)洗净烧杯,并将沉淀及滤纸洗涤至无黄色,再以温水洗涤至无氯离子。将滤液再次加热至冒硫酸烟约 5 min,取下稍冷,加入 20 mL 盐酸(4.3)和 200 mL 热水,加热煮沸 1 min,立即以中速定量滤纸过滤,将附在杯壁上的沉淀擦净,先用温洗涤液洗净烧杯,并将沉淀及滤纸洗涤至无黄色,再以温水洗涤至无氯离子。

6.3.4 沉淀的灼烧与称量

将两次所得到的沉淀及滤纸置于铂坩埚中,缓慢加热至滤纸灰化后,置于高温炉中,在 1 050 °C 灼烧 30 min,取出稍冷,置于干燥器中,冷却至室温称量,反复灼烧至恒量 m_1 。向坩埚中滴加 2 滴~3 滴硫酸(4.6),使残渣湿润,加入 5 mL 氢氟酸(4.4),低温加热至冒尽硫酸烟,置于高温炉中,在 1 050 °C 灼烧 30 min,取出稍冷置于干燥器中,冷却至室温称量,反复灼烧至恒量 m_2 。

7 分析结果计算

按式(1)计算试样中硅的含量(质量分数) $w(\text{Si})$,数值以%表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——挥硅前测得的不纯二氧化硅和铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_2 ——挥硅后测得残渣和铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_3 ——空白试验中测得的不纯二氧化硅和铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_4 ——空白试验中测得残渣和铂坩埚质量,单位为克(g);
- m_0 ——试料量,单位为克(g);

0.467 4——二氧化硅换算成硅的换算因数。

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 %

硅含量(质量分数)	允许差
1.00~4.00	0.20
>4.00~6.00	0.25

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

前 言

本部分代替 GB/T 4701.2—1984《钛铁化学分析方法 重量法测定硅量》。

本部分与 GB/T 4701.2—1984 比较,主要变化为:

- 对试样的分解方法进行了修改,增加了对酸溶后残渣的处理步骤;
- 调整硫酸(1+4)的用量,由 100 mL 改为 120 mL;
- 沉淀两次灼烧温度由 1 100 °C 改为 1 050 °C。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

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、薛秀萍、杜增勇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.2—1984。