

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