

ICS 77.100
H 11



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

GB/T 5687.2—2007

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

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

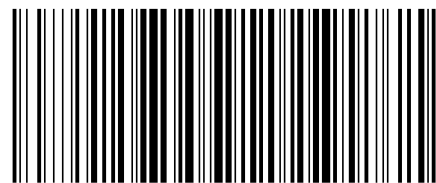
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

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 定价 10.00 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 5687.2—2007

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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、氮化铬铁适用)

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 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

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;

——熔剂的用量、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。