

# 中华人民共和国黑色冶金行业标准

## 硅钙合金化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量

YB/T 5312—2006

(GB/T 4700.1—1984 调整)

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

本标准适用于硅钙合金中硅量的测定。测定范围:大于 50.00%。

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

试样用混合熔剂熔融,加入盐酸及高氯酸冒烟,加热蒸发使硅生成不溶性硅酸。经灼烧,称量,再以氢氟酸处理,使二氧化硅挥发,再灼烧称量,根据氢氟酸处理前后质量之差,计算硅的百分含量。

### 2 试剂

2.1 混合熔剂:二份过氧化钠与一份碳酸钠(无水)混匀。

2.2 氢氟酸(比重 1.15)。

2.3 高氯酸(比重 1.67)。

2.4 盐酸(比重 1.19)。

2.5 盐酸(1+1)。

2.6 盐酸(1+2)。

2.7 盐酸(1+10)。

2.8 硫酸(1+3)。

2.9 硫氰酸铵溶液(5%)。

### 3 试样

试样应通过 0.125mm 筛孔。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样量

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)置于盛有 5g 混合熔剂(2.1)的镍坩锅中,搅拌均匀,再覆盖 1g 混合熔剂(2.1),先于低温焙烘再逐渐升高温度,最后于 700~750℃熔融至试样全部溶解。