



中华人民共和国国家标准

GB/T 4333.1—2019
代替 GB/T 4333.1—1984

硅铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法

Ferrosilicon—Determination of silicon content—Perchloric acid dehydration
gravimetric method and potassium fluosilicate volumetric method

2019-08-30 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4333 硅铁的分析方法分为 9 部分：

- GB/T 4333.1 硅铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法；
- GB/T 4333.2 硅铁化学分析方法 钼磷钼蓝光度法测定磷量；
- GB/T 4333.3 硅铁化学分析方法 高碘酸钾光度法测定锰量；
- GB/T 4333.4 硅铁 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法、EDTA 滴定法和火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 4333.5 硅铁 硅、锰、铝、钙、铬和铁含量的测定 波长色散 X-射线荧光光谱法(熔铸玻璃片法)；
- GB/T 4333.6 硅铁 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- GB/T 4333.7 硅铁 硫含量的测定 红外线吸收法和色层分离硫酸钡重量法；
- GB/T 4333.8 硅铁化学分析方法 原子吸收光谱法测定钙量；
- GB/T 4333.10 硅铁 碳含量的测定 红外线吸收法。

本部分为 GB/T 4333 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4333.1—1984《硅铁化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量》。本部分与 GB/T 4333.1—1984 相比,主要技术变化如下：

- 增加了范围(见第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了硫氰酸铵溶液(见 3.2.10)；
- 增加了设备和材料(见 3.3)；
- 增加了用硫氰酸铵溶液检查洗涤沉淀至无铁(镍)离子(见 3.5.4.4)；
- 修改了允许差的内容,用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”(见 3.7,1984 年版的第 6 章)；
- 增加了方法二氟硅酸钾容量法(见第 4 章)；
- 增加了试验报告的内容(见第 5 章)；
- 增加了规范性附录“试样分析结果接受程序流程图”(见附录 A)。

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(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:鄂尔多斯市西金矿冶有限责任公司、本钢板材股份有限公司、天津钢铁集团有限公司、鄂尔多斯市产品质量计量检测所、新余钢铁集团有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:李凤娟、张薇、马宁、于丽泓、徐文高、白雪松、教滨、王春光、殷宏、赵丹、曾波、于树荣、刘鹏、太井超、李月华、张强、陈刚、吕芬、崔玉文、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4333.1—1984。

硅铁 硅含量的测定

高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法

警告——使用本部分的人员应具有正规实验室工作实践经验。本部分未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 4333 的本部分规定了采用高氯酸脱水重量法和氟硅酸钾容量法测定硅铁中的硅含量。本部分适用于硅铁中硅含量的测定。测定范围(质量分数):30.00%~98.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

3 方法一 高氯酸脱水重量法

3.1 原理

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,计算硅的质量分数。

3.2 试剂

分析中除另有说明外,仅使用确认为分析纯的试剂,试验用水为GB/T 6682规定的三级及三级以上的蒸馏水、去离子水或纯度与其相当的水。

3.2.1 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。

3.2.2 氢氟酸, $\rho=1.15$ g/mL。

3.2.3 高氯酸, $\rho=1.67$ g/mL。

3.2.4 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

3.2.5 氨水, $\rho=0.9$ g/mL。

3.2.6 盐酸,1+1。