



# 中华人民共和国国家标准

GB 3654.3—83

---

## 铌铁化学分析方法 重量法测定硅量

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The gravimetric method for the determination  
of silicon content

1983-05-02 发布

1984-03-01 实施

---

国家标准局 批准

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铌铁化学分析方法  
重量法测定硅量  
GB 3654.3—83

\*

中国标准出版社出版发行  
北京西城区复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

1983年12月第一版

\*

书号:155066·1-30452

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68522006

中华人民共和国国家标准

铌铁化学分析方法  
重量法测定硅量

UDC 669.15'293  
:543.21:546  
.28  
GB 3654.3—83

Methods for chemical analysis of ferroniobium  
The gravimetric method for the determination  
of silicon content

本标准适用于铌铁中硅量的测定。测定范围：硅1.00~10.00%。

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

试样经氢氧化钠，过氧化钠熔融，硫酸酸化，并蒸发至冒烟，使硅成不溶性硅酸析出，以重量法测定硅量。

### 2 试剂

- 2.1 氢氧化钠。
- 2.2 过氧化钠。
- 2.3 盐酸（比重1.19）。
- 2.4 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.5 过氧化氢（市售30%）。
- 2.6 硫酸（1+1）。
- 2.7 硫酸（1+4）。
- 2.8 硫酸洗涤液（2+98）。

### 3 分析步骤

#### 3.1 试样量

称取0.5000g试样。

#### 3.2 空白试验

随同试样做空白。

#### 3.3 测定

**3.3.1** 将试样量置于30ml镍坩埚中，加入4g氢氧化钠（2.1）、2g过氧化钠（2.2），加盖，置于高温炉中，逐渐升温，在720℃熔融10~15min，取出冷却。置于预先盛有150ml硫酸（2.7）并盖以表皿的300ml烧杯中，用水洗净坩埚及盖，取出。

**3.3.2** 将烧杯置于电热板上，低温浓缩至冒硫酸烟，高温加热使硫酸烟在烧杯内回流15~20min，取下稍冷，缓慢加入10ml盐酸（2.3），加入200ml热水、5ml过氧化氢（2.5），搅匀，加热至近沸，使析出的五氧化二铌水合物及可溶性盐类溶解，如溶液不澄清可补加适量过氧化氢（2.5）使其溶解。用中速定量滤纸过滤，用热硫酸洗涤液（2.8）洗烧杯2次，用擦棒擦净杯壁附着的颗粒，洗净烧杯及擦棒，洗沉淀7~9次，将沉淀连同滤纸移入铂坩埚中保留。

**3.3.3** 向滤液中加入5ml硫酸（2.6），置于电热板上加热至冒硫酸烟5~10min，过滤，用热硫酸